ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(EACC)
EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(EASC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 2706.2—202

(Проект RU, первая редакция)

УГЛЕВОДОРОДЫ АРОМАТИЧЕСКИЕ БЕНЗОЛЬНОГО РЯДА

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

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия

Минск

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации

202

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Акционерным обществом «Рязанская нефтеперерабатывающая компания» (АО «РНПК»), Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации «Нефтяные топлива и смазочные материалы» (МТК 031)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от №)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации

4 ВЗАМЕН ГОСТ 2706.2—95

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

УГЛЕВОДОРОДЫ АРОМАТИЧЕСКИЕ БЕНЗОЛЬНОГО РЯДА

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

Benzene hydrocarbons and allied products. Chromatographic method for determining the content of the basic substances and impurities in benzene, toluene and xylene

Дата введения — 202 – –

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает хроматографический метод определения содержания (массовой доли) основного вещества в бензоле в диапазоне от 99,00 % масс. до 99,90 % масс., в толуоле и ксилоле в диапазоне от 99,000 % масс. до 99,990 % масс., а также примесей в указанных ароматических углеводородах бензольного ряда.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 2603 Реактивы. Ацетон. Технические условия

ГОСТ 2517 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 3022 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9293 Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10157 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 17567 Хроматография газовая. Термины и определения

ГОСТ 25706 Лупы. Типы, основные параметры. Общие технические требования

ГОСТ 31873 Нефть и нефтепродукты. Методы ручного отбора проб

ГОСТ ISO 3170 Нефтепродукты жидкие. Ручные методы отбора проб

ГОСТ ИСО 5725-1 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ ИСО 5725-6 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Сущность метода заключается в хроматографическом разделении испытуемого образца на насадочной колонке газового хроматографа с последующей регистрацией основного вещества пламенно-ионизационным детектором и автоматизированной обработкой полученной информации.

4 Аппаратура, средства измерений

4.1 Хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором с порогом чувствительности по пропану не ниже $2{,}5 \cdot 10^{-7}$ мг/с, оснащенный:

- насадочными колонками длиной 4 или 5 м, внутренним диаметром от 3 до 4 мм, изготовленными из материала, инертного по отношению к испытуемому образцу, обеспечивающими удовлетворительное разделение компонентов анализируемого продукта;

- термостатом колонок, обеспечивающим программируемое регулирование скорости подъема температуры и/или поддержание заданной температуры во всем диапазоне рабочих температур;

- программным обеспечением, выполняющим функции управления хроматографом и обработки хроматографических данных, предусматривающим автоматизированную и/или ручную обработку хроматограмм, позволяющим получать графическое изображение хроматограммы, идентификацию пиков, определение площади хроматографического пика, расчет результатов анализа методом абсолютной градуировки, внутренней нормализации, а также представление и хранение данных.

4.2 Весы специального класса (I) точности по ГОСТ OIML R 76-1 с действительной ценой деления, не превышающей 0,0001 г.

4.3 Микрошприц вместимостью 1, 5 и 10 мм^3 любого типа.

4.4 Печь, обеспечивающая нагрев до температуры 400 °С.

4.5 Линейка измерительная металлическая с ценой деления 1 мм.

4.6 Лупа измерительная общего назначения по ГОСТ 25706.

4.7 Чашка выпарительная фарфоровая по ГОСТ 9147.

4.8 Набор сит.

4.9 Баня водяная.

4.10 Термометр с диапазоном измерения от 0 °С до 50 °С и ценой деления шкалы не более 0,5 °С.

Примечание — Допускается применять лабораторные электронные термометры с соответствующим диапазоном измерения и пределом допускаемой абсолютной погрешности измерения не более ±0,1 °С.

4.11 Устройство измерения времени любого типа.

4.12 Термогигрометр с функцией определения атмосферного давления и измерения температуры.

4.13 Допускается применять аппаратуру, средства измерения (СИ), лабораторную посуду, отличные от указанных, с характеристиками не хуже

установленных настоящим стандартом, и обеспечивающие получение достоверных результатов определения.

5 Реактивы и материалы

5.1 Чистота реактивов

Если не указано иное, то используют реактивы квалификации ч. д. а. или выше.

Примечание — Допускается использовать реактивы квалификации, отличной от указанной, при условии, что они не снижают точность определения.

5.2 Ацетон по ГОСТ 2603.

5.3 *н*-Нонан, х. ч. для хроматографии.

5.4 *н* -Декан, х. ч. для хроматографии.

5.5 *н* -Ундекан, х. ч. для хроматографии.

5.6 Газ-носитель: азот газообразный технический по ГОСТ 9293, о. ч., 1-й сорт или аргон газообразный по ГОСТ 10157, высший сорт.

Примечание — Допускается использовать в качестве газа носителя гелий аналогичной чистоты.

5.7 Водород технический марки А по ГОСТ 3022.

5.8 Фаза неподвижная: полиэтиленгликоль М-1000 (ПЭГ 1000) или полиэтиленгликольадипинат (ПЭГА).

5.9 Носитель твердый: диатомитовый сферохром, размер частиц от 0,3 до 0,5 мм, или динохром-Н, размер частиц от 0,250 до 0,315 мм, прокаленные при температуре 300 °С в течение 3 ч.

Примечание — Допускается использовать другие носители с аналогичными характеристиками.

5.10 Воздух сжатый для питания газового хроматографа с пламенно-ионизационным детектором.

6 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 2517 или ГОСТ 31873, или ГОСТ ISO 3170.

7 Условия проведения испытания

7.1 Испытания проводят в чистом, светлом, достаточно и равномерно освещенном помещении.

7.2 Условия проведения испытаний:

- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С;
- относительная влажность воздуха не более 80 %.

8 Подготовка к проведению испытания

8.1 Подготовка насадочных колонок

8.1.1 Растворяют в фарфоровой чашке неподвижную фазу в ацетоне, подогретом на водяной бане примерно до температуры (30 ± 1) °С. Вносят в полученный раствор твердый носитель таким образом, чтобы он полностью был покрыт раствором.

8.1.2 Помещают фарфоровую чашку на водяную баню при температуре от 60 °С до 80 °С и при постоянном перемешивании выпаривают ацетон.

8.1.3 Приготовленную насадку (сорбент) просеивают, используя сита.

8.1.4 Наносят на диатомитовый сферохром ПЭГ 1000 в количестве 10 % от массы носителя, а на динохром-Н наносят ПЭГА — 15 % и 30 %.

8.1.5 Заполняют колонку приготовленной насадкой, помещают ее в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, продувают газом-носителем в течение 10 ч с объемным расходом 4–5 дм^3/ч при температуре (120 ± 5) °С.

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

8.2 Монтаж, наладку и вывод хроматографа на рабочий режим проводят в соответствии с инструкцией изготовителя.

9 Проведение испытания

9.1 Определяют содержание основного вещества и примесей в бензоле, толуоле и ксилоле методом внутреннего стандарта.

9.1.1 В качестве внутреннего стандарта для анализа бензола используют *н*-нонан, для анализа толуола — *н*-нонан или *н*-декан, для анализа ксилола — *н*-декан или *н*-ундекан.

9.1.2 Массовую долю внутреннего стандарта устанавливают таким образом, чтобы его хроматографический пик на уровне регистрации основных примесей имел

интенсивность сигнала (площадь или высоту), составляющую не менее 1/3 полной шкалы выходного сигнала детектора.

9.1.3 Результаты всех взвешиваний в граммах округляют и регистрируют до четвертого десятичного знака.

9.2 Проводят хроматографирование испытуемого образца при условиях, указанных в таблице 1.

Таблица 1 — Условия хроматографирования

Параметр	Условие хроматографирования	
	бензола	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
Объемный расход газа-носителя, дм^3/ч	1,8–4,8	
Объем образца, мм^3	0,6–4,0	
Длина газохроматографической колонки, м:		
- для сферохрома с ПЭГ 1000	5	
- для динохрома-Н с ПЭГА	4	
Внутренний диаметр колонки, мм	3–4	3–4
Скорость диаграммной ленты, мм/ч	240–720	
Продолжительность испытания, мин	40	60

Допускается изменять условия хроматографирования при использовании хроматографов с длиной колонок, отличающейся от приведенных в таблице 1, применении других неподвижных фаз и твердых носителей. При этом обеспечивают степень разделения согласно ГОСТ 17567 не меньше величины 0,7 для следующих трудноразделимых пар компонентов примесей: метилциклопентан — *н*-гептан и *н*-гептан — циклогексан.

10 Обработка результатов испытания

10.1 Для определения массовой доли примесей измеряют площади пиков примесей анализируемого образца.

10.1.1 Вычисляют площадь пика каждой примеси S, мм^2, по формуле

$$S = h \cdot b \cdot M, \qquad (1)$$

где h — высота пика, мм;

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

M — масштаб записи сигнала пика.

10.1.2 В расчет принимают ширину линии, очерчивающую пик.

10.2 Вычисляют содержание каждой примеси X_i, % масс., по формуле

$$X_i = \frac{S_i \cdot A_{эт} \cdot 100}{S_{эт}(100 - A_{эт})}, \quad (2)$$

где S_i — площадь пика примеси, мм^2;

$A_{эт}$ — массовая доля внутреннего стандарта в испытуемом образце, %;

$S_{эт}$ — площадь пика внутреннего стандарта, мм^2.

10.3 Вычисляют содержание основного вещества X, % масс., по формуле

$$X = 100 - \sum X_i, \quad (3)$$

где $\sum X_i$ — сумма всех примесей, %.

10.4 За результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух определений, полученных в условиях повторяемости, округленное до второго десятичного знака для бензола и примесей в нем; до третьего десятичного знака — для толуола, ксилола и примесей в указанных ароматических углеводородах бензольного ряда.

11 Прецизионность

11.1 Значения показателей прецизионности были получены путем статистической обработки результатов определения содержания (массовой доли) примесей в бензоле, толуоле, ксилоле и представлены с учетом положений ГОСТ ИСО 5725-1. Практическое применение показателей прецизионности — по ГОСТ ИСО 5725-6.

11.2 Повторяемость

Расхождение между результатами двух определений содержания (массовой доли) примесей в бензоле, толуоле и ксилоле, полученными одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре в постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значения *r*, установленные в таблице 2, не более, чем в одном случае из 20.

Таблица 2 — Прецизионность

Содержание примеси, % масс	Повторяемость *r*, % масс	Воспроизводимость *R*, % масс
Бензол		
Св. 0,10 до 0,30 включ.	0,03	0,04
Св. 0,30 до 1,00 включ.	0,10 $X_{\text{п}}$	0,20 $X_{\text{п}}$
Толуол и ксилол		
От 0,010 до 0,030 включ.	0,008	0,010
Св. 0,030 до 0,100 включ.	0,020	0,030
Св. 0,100 до 0,300 включ.	0,030	0,040
Св. 0,300 до 10,000 включ.	0,20 $X_{\text{п}}$	0,40 $X_{\text{п}}$
$X_{\text{п}}$ — результат испытания для определения содержания (массовой доли) примесей в анализируемом ароматическом углеводороде бензольного ряда.		

11.3 Воспроизводимость

Расхождение между двумя результатами определения содержания (массовой доли) примесей в бензоле, толуоле и ксилоле, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях, на идентичном испытуемом материале при нормальном и правильном выполнении метода, может превышать значения *R*, установленные в таблице 2, не более, чем в одном случае из 20.

12 Отчет об испытании

12.1 Отчет об испытании должен содержать:

- обозначение настоящего стандарта;
- идентификацию образца — наименование, тип и марку (при наличии);
- дату проведения испытания;
- результат испытания;
- информацию о любых отклонениях от процедуры проведения испытания.

12.2 Допускается в отчете об испытании указывать дополнительную информацию.

12.3 Содержание отчета об испытании — в соответствии с документами, действующими на территории страны, принявшей настоящий стандарт.

УДК 661.715.7:543.06:006.354 МКС 75.080.15

Ключевые слова: углеводороды ароматические бензольного ряда, хроматографический метод определения содержания основного вещества и примесей в бензоле, толуоле и ксилоле