

УГЛЕВОДОРОДЫ АРОМАТИЧЕСКИЕ  
БЕНЗОЛЬНОГО РЯДА

ГОСТ

2706.2-74\*

Хроматографический метод определения содержания  
основного вещества и примесей в Бензоле, толуоле  
и ксилолеBenzene hydrocarbons and allied products.  
Chromatographic method of determination of main  
substance and impurities content in benzene,  
tolylene and «xylene».Взамен  
ГОСТ 15832-70Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР  
от 22 ноября 1974 г. № 2591 срок введения установлен

Проверен в 1980 г. Срок действия продлен

с 01.07 1975 г.  
до 01.07 1987 г.Несоблюдение стандарта преследуется по закону *01.07.84  
(10405-87)*

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°C.

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 шлангом по ГОСТ 10394-72, вместимостью 25 см<sup>3</sup>.Пипетки по ГОСТ 20292-74, вместимостью 1 и 10 см<sup>3</sup>.

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°C в течение 3 ч.

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

Ацетон по ГОСТ 2603—79.

*n*-Нонан.

*n*-Декан.

*n*-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°C, 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°C 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<sup>3</sup>/ч при 120 ± 5°C.

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 *n*-нонан, для анализа толуола — *n*-нонан или *n*-декан, для анализа ксилола — *n*-декан или *n*-ундекан.

Количество «внутреннего эталона» должно соответствовать хроматографическому пику высотой не менее  $\frac{1}{2}$  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, дм <sup>3</sup> /ч	2—4	2—4
Объем пробы, см <sup>3</sup>	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  $K$  по ГОСТ 17567—81 для трудноразделяемых пар компонентов (метилциклопентан и *n*-гептан, *n*-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°C	для динохрома-Н с ПЭГА, 100°C
<i>n</i> -Нонан (внутренний эталон)	1,00	1,00
Бензол	1,32	1,31
Толуол	2,22	2,11
<i>m</i> -Декан (внутренний эталон)	1,00	1,00
Толуол	1,57	1,40
Этилбензол	2,32	2,11
<i>m</i> -Ксилол	2,32	2,11
<i>p</i> -Ксилол	2,32	2,11
<i>o</i> -Ксилол	3,06	2,76
<i>n</i> -Ундекан (внутренний эталон)	1,00	1,00
Этилбензол	1,48	1,33
<i>m</i> -Ксилол	1,48	1,33
<i>p</i> -Ксилол	1,48	1,33
<i>o</i> -Ксилол	1,90	1,66

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

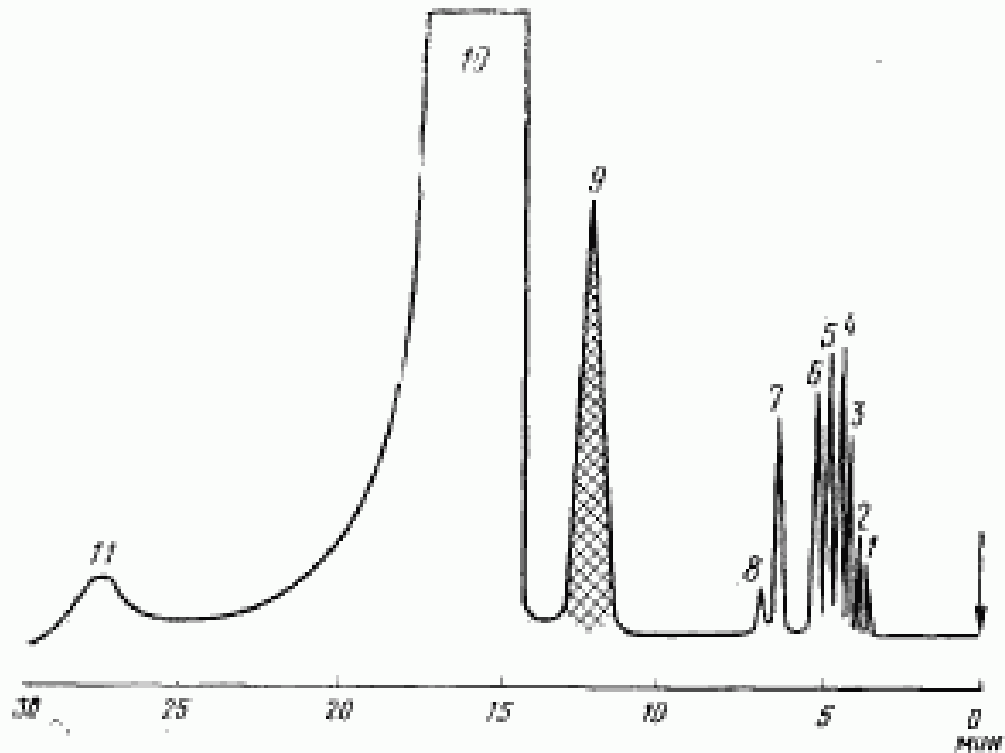
Таблица 3

Относительные времена удерживания примесей в бензоле

Наименование компонента	Относительное время удерживания	
	для сферохрома с ПЭГ-1000, 90°C	для динохрома-Н с ПЭГА, 100°C
1—2. Неидентифицированные компоненты	Менее 0,26	Менее 0,20
3. <i>n</i> -Гексан	0,26	0,20
4. Метилциклопентан	0,32	0,28
5. <i>n</i> -Гептан	0,34	0,31
6. Циклогексан	0,40	0,35
7. Метилциклогексан	0,51	0,47
8. <i>n</i> -Октан	0,56	0,53
9. <i>n</i> -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.

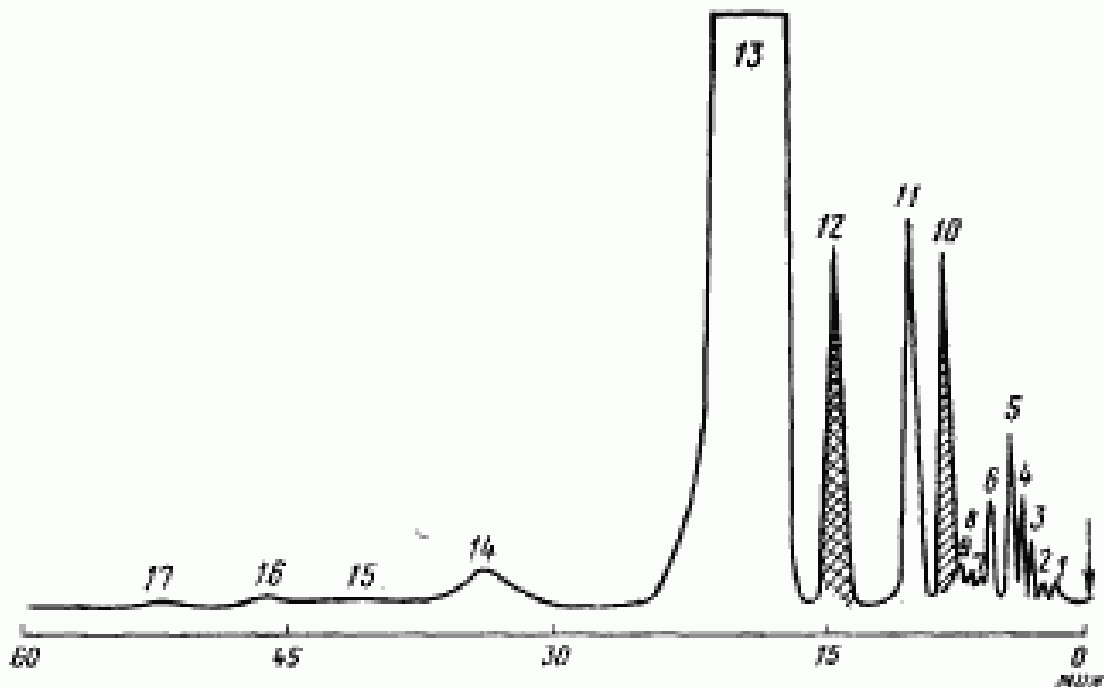
## Типовая хроматограмма бензола



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

Черт. 1

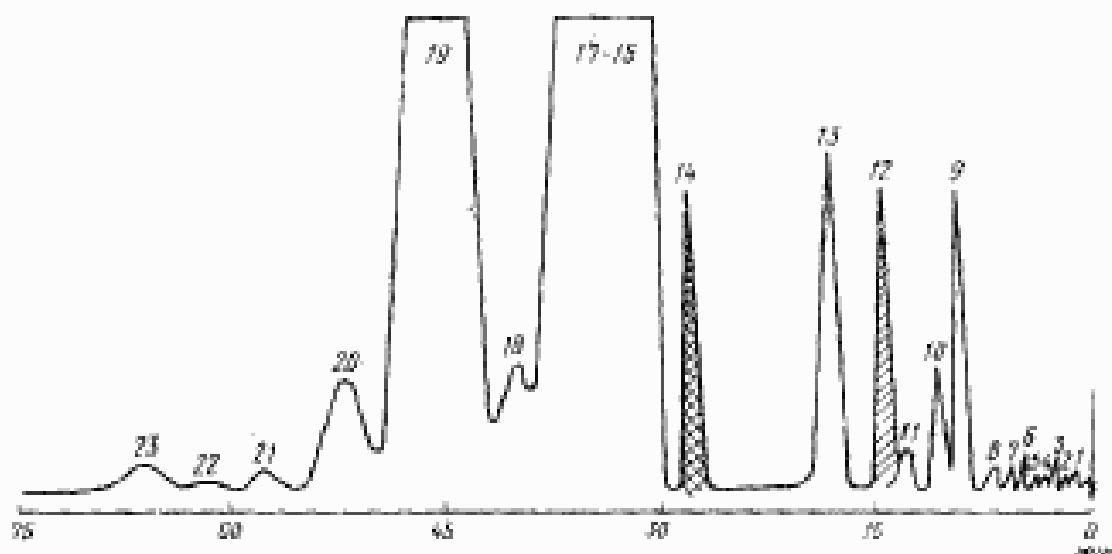
## Типовая хроматограмма толуола



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, 16, 20—23—примеси; 12—*m*-декан (внутренний эталон); 14—*m*-ундекан (внутренний эталон); 15—17 — этилбензол и *m*+*p*-ксилолы; 18—*o*-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<sup>2</sup>;

$S_{эТ}$  — площадь пика внутреннего эталона, мм<sup>2</sup>;

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

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

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

где  $\sum X_i$  — 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-N с частицами размером 0,3—0,5 мм»; заменить слова: «величина критерия разделения K» на «степень разделения»;

третий абзац исключить.

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

Пункт 4.2. Формула и экспликация. Заменить обозначение:  $S_{\text{эт}}$  на  $A_{\text{эт}}$  (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.)