

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 мм³»;

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: см³ на мм³;

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 — n -гептан и n -гептан — циклогексан».

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

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)

Т а б л и ц а 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.

П р и м е ч а н и е. 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

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

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:

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

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)

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

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:

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

$|A-B| > R$; $|A-B| \leq R$; $|B-G| > R$. В качестве окончательно приводимого результата принимают среднеарифметическое значение результатов А и В, то есть анализы, выполненные стороной а);

(Продолжение см. с. 24)

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

$|A-B| > R$; $|A-\Gamma| > R$; $|B-\Gamma| > R$. Все измерения прекращают до выяснения причин неудовлетворительной воспроизводимости результатов;

$|A-B| > R$; $|A-\Gamma| < R$; $|B-\Gamma| < R$. 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:

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

$|A-B| > R$; $|A-\Gamma| \leq R$; $|B-\Gamma| > R$. В качестве окончательно приводимого результата принимают результат, полученный стороной а);

$|A-B| > R$; $|B-\Gamma| \leq R$; $|A-\Gamma| > R$. В качестве окончательно приводимого результата принимают результат, полученный стороной б);

$|A-B| > R$; $|A-\Gamma| > R$; $|B-\Gamma| > R$. Все измерения прекращают до выяснения причин неудовлетворительной воспроизводимости результатов;

$|A-B| > R$; $|A-\Gamma| \leq R$; $|B-\Gamma| \leq R$. Все измерения прекращают до выяснения причин неудовлетворительной воспроизводимости результатов».

(ИУС № 7 2008 г.)