# ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

#### ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ΓΟCT P 56340— 2015

# ЖИДКОСТИ ОРГАНИЧЕСКИЕ

Определение воды кулонометрическим титрованием по Карлу Фишеру

Издание официальное



# 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. № 67-ст

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту ACTM E 1064—12 «Стандартный метод определения воды в органических жидкостях кулонометрическим титрованием по Карлу Фишеру» (ASTM E 1064—12 «Standard test method for water in organic liquids by coulometric Karl Fischer titration», IDT).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (пункт 3.5).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных стандартов соответствующие им национальные стандарты 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

# НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

#### ЖИДКОСТИ ОРГАНИЧЕСКИЕ

### Определение воды кулонометрическим титрованием по Карлу Фишеру

Organic liquids.

Determination of water by coulometric Karl Fischer titration

Дата введения — 2016—01—01

## 1 Область применения

- 1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения воды от 0 % масс. до 2,0 % масс. в большинстве жидких органических химических продуктов автоматическим кулонометрическим титрованием с использованием реактива Карла Фишера. Настоящий стандарт не распространяется на сжиженные углеводородные газы (СУГ), пропан, бутан, сжиженный природный газ (СПГ) и т. д.
  - 1.2 Значения в единицах СИ считаются стандартными.
- Подробная информация о токсичности, правилах обращения и технике безопасности, оказании первой помощи приведена в паспортах безопасности на материалы.
- 1.4 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. Подробное описание опасного воздействия приведено в разделе 8.

#### 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

#### 2.1 Стандарты АСТМ1)

ASTM D 1193, Specification for reagent water (АСТМ Д 1193 Спецификация на реактив воду)

ASTM D 4672, Test method for polyurethane raw materials: determination of water content of polyols (АСТМ Д 4672 Метод испытаний сырья для полиуретановых материалов. Определение содержания воды в полиолах)

ASTM E 180<sup>2)</sup>, Practice for determining the precision of ASTM methods for analysis and testing of industrial and specialty chemicals (ACTM E 180 Практика определения прецизионности методов анализа и испытаний АСТМ промышленных продуктов и продуктов тонкого органического синтеза)

ASTM E 203, Test method for water using volumetric Karl Fischer titration (ACTM E 203 Метод определения воды с использованием волюметрического титрования по Карлу Фишеру)

#### 3 Сущность метода

3.1 Метод определения воды по настоящему стандарту основан на реакции Карла Фишера — восстановлении йода диоксидом серы в присутствии воды с образованием триоксида серы и

<sup>1)</sup> Уточнить ссылки на стандарты АСТМ можно на сайте АСТМ www.astm.org или в службе поддержки клиентов АСТМ: 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.

<sup>&</sup>lt;sup>2)</sup> Отменен в 2009 г.

#### ГОСТ P 56340-2015

йодисто-водородной кислоты. Реакция становится количественной только в присутствии пиридина или другого органического основания и метанола или другого спирта. В отличие от реактивов Карла Фишера для волюметрического титрования, содержащих йод, в методе кулонометрического титрования йод генерируется электролитически. В соответствии с законом Фарадея 1 мг воды генерирует 10,71 Кл электрического тока.

#### 4 Назначение и применение

4.1 Кулонометрический метод используют для определения низких концентраций воды в органических жидкостях, которые дают небольшие титры при волюметрическом титровании по Карлу Фишеру (далее — КF). Прецизионность кулонометрического метода титрования ухудшается при содержании воды, значительно превышающем 2,0 %, из-за трудностей в измерении небольшого объема пробы. Настоящий метод испытания предполагает 100 % КПД использования электричества при образовании йода. Предусматривается проверка эффективности метода (см. таблицу 1 и примечание 6).

Таблица 1 — Определение объема пробы

Предполагаемое содержание воды	Объем пробы, см <sup>3</sup>		
От 0 до 500 мг/кг включ.	5		
Св. 500 до 1000 мг/кг включ.	2		
Св. 1000 до 2000 мг/кг включ.	1		
От 0,2 % масс. до 0,5 % масс. включ.	0.5		
Св. 0,5 % масс. до 2,0 % масс. включ.	0,1		

## 5 Мешающие факторы

- 5.1 Определению воды кулонометрическим методом мешают такие же вещества, как и при волюметрическом титровании по Карлу Фишеру. В работе<sup>1)</sup> подробно рассмотрены вещества, мешающие титрованию по Карлу Фишеру.
- 5.2 В АСТМ Е 203 приведен перечень органических соединений, содержание воды в которых можно определить непосредственно, а также перечень соединений, содержание воды в которых можно определить только после проведения соответствующих химических реакций, устраняющих влияние мешающих соединений.

# 6 Аппаратура

#### 6.1 Автоматический титратор<sup>2)</sup>

Автоматический титратор состоит из блока управления, ячейки для титрования, чувствительного двойного платинового электрода, генератора в сборе и магнитной мешалки. Прибор предназначен для кулонометрического генерирования йода, который стехиометрически реагирует сводой, присутствующей в растворе пробы. Количество кулонов электричества, которое потребовалось для генерирования йода, затем преобразуется в количество воды в микрограммах, которое выводится на дисплей.

6.2 Шприц вместимостью 50 см<sup>3</sup>, оснащенный иглой для подкожных инъекций длиной 115 мм для удаления избытка раствора из камеры титрования.

П р и м е ч а н и е 1 — После очистки стеклянные шприцы и иглы промывают безводным ацетоном, затем сушат в сушильном шкафу при температуре 100 °C не менее 1 ч и хранят в эксикаторе. Пластиковые шприцы после использования утилизируют.

6.3 Шприц вместимостью 20 см<sup>3</sup>, оснащенный иглой для подкожных инъекций длиной 115 мм для введения нейтрализующего раствора в камеру титрования (см. примечание 1).

<sup>1)</sup> J. Mitchell, Jr. and D. M. Smith, «Aquametry» — A Treatise on Methods for the Determination of Water. Part III. The Karl Fischer Reagent, 2nd Ed., J. Wiley and Sons, Inc., New York, NY 1990.

<sup>&</sup>lt;sup>2)</sup> Основная информация об автоматических кулонометрических титраторах приведена: М. Т. Kelley, R. W. Stelzner, W. R. Laing and D. J. Fisher, Analytical Chemistry 31, No. 2, 220 (1959) and A. W. Meyer, Jr. and C. M. Boyd, Analytical Chemistry 31, No. 2, 215 (1959).

- 6.4 Шприцы вместимостью 1 и 5 см<sup>3</sup>, оснащенные иглой для подкожных инъекций длиной 115 мм для введения проб в камеру титрования (см. примечание 1).
- 6.5 Шприц вместимостью 5 мкл, оснащенный иглой для подкожных инъекций длиной 115 мм для калибровки прибора (см. примечание 1).
  - 6.6 Фторуглеродная смазка или ТГЕ фторуглерод для герметизации камеры для титрования.
- 6.7 Мембрана для герметизации отверстия для ввода пробы, обеспечивающая введение пробы шприцем с иглой и предотвращение проникания влаги. Мембрану при необходимости заменяют для предотвращения пропускания воздуха, которое можно определить по дрейфу показаний титратора.
  - 6.8 Флаконы для проб.
  - 6.9 Сушильный шкаф, обеспечивающий поддержание температуры (100 ± 5) °C.
  - 6.10 Эксикатор с адсорбентом и индикатором, изменяющим цвет при насыщении влагой.
  - 6.11 Аналитические весы, обеспечивающие взвешивание с точностью ± 0,0001 г.

#### 7 Реактивы

#### 7.1 Чистота реактивов

Если нет других указаний, реактивы должны соответствовать спецификациям Комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества<sup>1)</sup>. Можно использовать реактивы другой квалификации, если установлено, что квалификация реактива позволяет использовать его без снижения точности определения.

7.2 Реактив вода типа II или III по АСТМ Д 1193.

#### 7.3 Реактивы Карла Фишера

Для определения содержания воды можно использовать автоматические титраторы и имеющиеся в продаже реактивы для кулонометрического титрования по КF. Традиционно в качестве органического основания в реактивах КF использовался пиридин. В настоящее время большинство производителей аппаратуры КF используют менее токсичные реактивы без пиридина, обладающие большей стабильностью и более слабым запахом. Рекомендуется по возможности использовать реактивы без пиридина. Для кулонометрического титрования обычно требуются два раствора. Анодный раствор — растворитель для титрующего раствора и катодный раствор — генератор титранта. В настоящее время имеются в продаже одно- или двухкомпонентные реактивы. Однокомпонентный реактив содержит все компоненты, необходимые для титрования по Карлу Фишеру в одном растворе. Двухкомпонентный реактив содержит отдельно растворитель и титрант.

Примечание 2— Можно использовать следующие реактивы, не содержащие пиридин: Hydranal® Manual-Eugen Schotz reagents for Karl Fischer titration, from Riedel-deHaen (www.rdhlab.de), Sigma Aldrich (www.sigmaaldrich. com) или Moisture measurement by Karl Fischer Titrimetry, 2nd ed., by GFS Chemicals, Inc., January 2004.

- 7.3.1 Генератор титранта (катодный раствор), содержащий йодид, диоксид серы, пиридин или другое органическое основание и метанол или другой спирт для обеспечения образования йода в реакционной смеси.
- 7.3.2 Растворитель для титрующего раствора (анодный раствор), приготовленный в соответствии с инструкцией изготовителя аппаратуры.
  - 7.3.3 Нейтрализующий раствор метанол с содержанием воды примерно 20 мг/см³.

# 8 Меры предосторожности

8.1 При смешивании реагентов и удалении из ячейки для титрования раствора, содержащего йод, пиридин или другое органическое основание, диоксид серы и метанол или другой спирт, используют химически стойкие перчатки. Следует избегать контакта реагентов с кожей или вдыхания паров.

<sup>1)</sup> Reagent Chemicals, American Chemical Society Specificatios, American Chemical Society, Washigton, D.C. (Химические реактивы. Спецификации Американского химического общества, Вашингтон, округ Колумбия). Предложения по проверке реактивов, не входящих в списки Американского химического общества, см.: Analar Snandards for Laboratory Chemicals, BDH Ltd., Poole, Dorset, U.K. (Чистые образцы лабораторных химических веществ), а также The United States Pharmacopeia and National Formulary, U.S. Pharmacopeial Convention, Inc. (USPC), Rockville, MD (Фармакопея США и Национальный фармакопогический справочник).

# 9 Отбор проб

- 9.1 В связи с низким содержанием воды в пробе необходимо соблюдать меры предосторожности для предотвращения загрязнения образца влагой из контейнера для проб, окружающей среды или оборудования для ввода пробы.
- 9.1.1 Перед использованием контейнер для образца и крышку сушат в сушильном шкафу при температуре 100 °С в течение ночи. Охлаждают в эксикаторе и герметично закрывают.
- 9.1.2 Заполняют контейнер образцом по возможности быстро до уровня 25 мм от верхнего края и сразу закупоривают.
- 9.2 Пробу для испытания отбирают из контейнера сухим шприцем для подкожных инъекций.
   Перед отбором пробы шприцем вводят в контейнер сухой азот.

# 10 Подготовка аппаратуры

- 10.1 Очищают, сушат и собирают ячейку для титрования в соответствии с инструкцией изготовителя. Для герметизации от атмосферной влаги верхней и нижней ячеек аппаратуры используют фторуглеродную смазку или TFE фторуглерод. Подключают к титратору провода датчиков и электродов генератора.
- 10.2 Готовят раствор для титрования (7.3.2) и заполняют резервуар аппарата в соответствии с инструкцией изготовителя.
- 10.3 Добавляют раствор генератора титранта (7.3.1) в сборку генератора и закрывают крышку. Уровень раствора генератора титранта должен быть ниже уровня раствора для титрования для предотвращения загрязнения обратным потоком раствора для титрования. Для поддержания низкого уровня раствор генератора титранта периодически удаляют.
- 10.4 Перемешивают растворитель для титрования, осторожно вращая ячейку, для удаления влаги со стенок. Затем перемешивают раствор не менее 20 мин для стабилизации атмосферы внутри ячейки для титрования.

Примечание 3 — Автоматические титраторы Mitsubishi не требуют проведения процедуры по 10.4.

- 10.5 Соединяют иглу для подкожных инъекций длиной 115 мм со шприцем вместимостью 20 см<sup>3</sup> и набирают в шприц примерно 15 см<sup>3</sup> нейтрализующего раствора (7.3.3). Вставляют иглу через мембрану для ввода образца и опускают ее кончик немного ниже поверхности раствора для титрования.
- 10.6 Медленно вводят нейтрализующий раствор в раствор для титрования до изменения цвета раствора от коричневого до светло-красного. Это означает нахождение вблизи конечной точки. Очень медленно продолжают введение, пока не загорится индикатор «ОN», указывающий на присутствие избытка воды, затем осторожно удаляют шприц и иглу. Общий объем нейтрализующего раствора должен быть в диапазоне от 5 до 15 мл. Позволяют системе стабилизироваться в течение 1 ч.

# 11 Проверка калибровки

- 11.1 Процедура калибровки автоматических титраторов разных моделей может отличаться. Калибровку проводят с использованием образцов контроля качества (QC) с содержанием воды 10 мг/кг, 100 мг/кг и 1% масс. в соответствии с инструкцией изготовителя титратора. Желательно проверять калибровку со стандартным раствором, содержание воды в котором приблизительно соответствует ожидаемому диапазону содержания воды в образцах.
- 11.2 Рекомендуется использовать контрольную карту, построенную для образца QC. Проводят измерение образца QC каждый раз перед испытанием исследуемой пробы. Если отклонение измеренного значения превышает ± 5 % от сертифицированного значения, принимают соответствующие меры, прежде чем приступать к испытанию образца<sup>1</sup>).

Примечание 4 — Может потребоваться замена или регенерация растворов реагентов.

<sup>1)</sup> ASTM Руководство по представлению данных и анализу графиков. 7-е изд. ASTM Руководство серии MNL 7A [пересмотр специальной технической публикации (STP) 15D].

# 12 Проведение испытаний

12.1 Собирают сухой шприц и иглу и закрывают кончик иглы небольшим кусочком резиновой мембраны (далее — мембраны). Набирают в шприц от 1 до 2 мл пробы и удаляют в контейнер для отходов. Набирают в шприц количество пробы в соответствии с таблицей 1 и закрывают кончик иглы мембраной. Определяют массу шприца с точностью до ± 0,1 мг (см. таблицу 1, примечания 5 и 6).

Примечание 5 — При выполнении нескольких анализов на одной и той же пробе или при отборе значительного объема пробы следует поддерживать небольшое давление в контейнере с пробой с помощью сухого азота, подаваемого через иглу для подхожных инъекций, соединенную с источником азота.

Примечание 6 — При использовании шприца, точность которого достаточна для измерения объема пробы, массу пробы можно вычислить по объему и плотности пробы.

12.2 После стабилизации титратора осторожно вводят иглу шприца с пробой через мембрану и опускают ее ниже уровня раствора в ячейке титрования. Медленно вводят образец в раствор для титрования и начинают титрование. Удаляют шприц с иглой, закрывают кончик иглы мембраной и снова взвешивают с точностью до ± 0,1 мг для определения массы пробы. Титруют до конечной точки. Записывают полученное значение количества воды в микрограммах.

Примечание 7 — После проведения большого количества анализов следует уменьшить объем раствора, накопившегося в ячейке для титрования. Для этого используют шприц вместимостью 50 см<sup>3</sup> или сливают раствор через запорный кран при наличии. При получении неустойчивых результатов раствор удаляют и заменяют свежим.

Примечание 8— Заменяют раствор генератора титранта, если его цвет становится желтым и результаты испытаний нестабильные.

#### 13 Вычисления

13.1 Вычисляют содержание воды в образце с точностью до 0,001 % масс. по формуле

#### 14 Протокол испытаний

14.1 В протоколе испытаний указывают содержание воды с точностью до 0,001 % масс.

#### 15 Прецизионность и смещение

#### 15.1 Прецизионность

Для оценки приемлемости результатов при использовании реагентов с пиридином (см. примечание 9) применяют следующие критерии.

#### 15.1.1 Повторяемость (один оператор)

Коэффициент вариации, вычисленный для единичного определения, составляет 1,39 % отн. при количестве степеней свободы (DF) 61. С доверительной вероятностью 95 % расхождение результатов двух определений не должно превышать 3,9 % отн.

#### 15.1.2 Лабораторная прецизионность (внутрилабораторная)

Коэффициент вариации результатов (каждый результат — среднеарифметическое значение двух определений), полученный одним и тем же оператором в разные дни, был оценен в 2,00 % отн. при DF = 31. С доверительной вероятностью 95 % расхождение результатов двух испытаний не должно превышать 5,6 % отн.

## 15.1.3 Воспроизводимость (разные лаборатории)

Коэффициент вариации результатов испытаний (каждый результат — среднеарифметическое значение двух определений), полученных разными операторами в разных лабораториях, был оценен в 6,12 % отн. при DF = 7. С доверительной вероятностью 95 % расхождение результатов двух испытаний не должно превышать 17,1 % отн.

#### **FOCT P 56340-2015**

#### 15.2 Смещение

Смещение настоящего метода испытаний не установлено, поскольку отсутствуют пригодные стандартные образцы.

Примечание 9 — Прецизионность была установлена по результатам анализа межлабораторных исследований образцов толуола, этилацетата, этанола и ацетонитрила, содержащих приблизительно 0,02 % масс., 0,16 % масс., 0,52 % масс. и 2,04 % масс. воды соответственно. Один оператор в каждой из восьми лабораторий выполнял повторные определения в два разных дня, в сумме — 128 определений. Пять результатов исследований для толуола были признаны неудовлетворительными. Прецизионность была установлена по АСТМ Е 180 с использованием специальной компьютерной программы для дисперсионного анализа результатов эксперимента.

#### 15.3 Прецизионность

Приведена прецизионность, полученная при межлабораторных исследованиях по определению содержания воды с реагентами без пиридина (см. примечание 10).

#### 15.3.1 Повторяемость

Два результата повторных испытаний, полученных одним оператором, можно считать неудовлетворительными, если они отличаются более чем на значение, приведенное в таблице 2 для содержания воды, наиболее близко соответствующего исследуемому образцу.

#### 15.3.2 Воспроизводимость

Среднеарифметическое значение результатов двух определений, полученных в одной лаборатории, не должно отличаться от результатов другой лаборатории более чем на значение, приведенное в таблице 2 для содержания воды, наиболее близко соответствующего исследуемому образцу.

Таблица 2 — Повторяемость и воспроизводимость

Land description of the state o	Доверительная вероятность 95 %		
Содержание воды, % масс.	Повторяемость, % отн.	отн. Воспроизводимость, % отн	
0,03	2,8	15,9	
0,42	3,1	3,2	
1,6	3,1	5,2	

Примечание 10— Прецизионность была получена на основании результатов испытаний по АСТМ Д 4672 (метод В). Межлабораторные исследования были проведены в 2000 г. на трех образцах полиолов, содержащих примерно 0,03 % масс., 0,42 % масс. и 1,6 % масс. воды. Один оператор выполнял повторные определения и повторял их на следующий день. Прецизионность вычислялась по АСТМ Е 180.

15.3.3 Смещение для настоящего метода испытаний не определено.

#### Приложение X1 (справочное)

#### Прецизионность и смещение для гликолей

X1.1 Международным комитетом Е 15 АСТМ по промышленным и специальным химическим веществам в 2007 г. было проведено межлабораторное исследование № 52 для определения прецизионности шести методов испытаний, используемых при анализе гликолей. Прецизионность настоящего метода испытания получена на основании результатов межлабораторных исследований при определении содержания воды в органических жидкостях кулонометрическим титрованием по Карлу Фишеру, проведенных в 2007 г. Были проведены исследования трех разных материалов в 17 лабораториях. В 14 лабораториях были проведены исследования моноэтиленгликоля (МЕG), в 13 лабораториях исследовались диэтиленгликоль (DEG) и триэтиленгликоль (TEG). Каждый результат испытания являлся независимым определением. Были получено по два результата испытаний в два дня, в общей сложности четыре результата на одно испытание. Следует отметить, что в восьми лабораториях исследования проводились одним оператором, в семи лабораториях — двумя операторами (в разные дни) и в двух лабораториях эта информация не была записана. В отчетах¹) отмечалось отсутствии значений для одной или более лабораторий.

#### Х1.1.1 Повторяемость

Два результата испытаний, полученные в одной лаборатории, считают неэквивалентными, если их значения отличаются более чем на *г* для этого материала; *г* — расхождение результатов двух испытаний для одного и того же материала, полученных одним оператором на одном и том же оборудовании в один день в одной лаборатории.

#### X1.1.2 Воспроизводимость

Два результата испытаний считают неэквивалентными, если их значения отличаются более чем на R для этого материала; R — расхождение результатов двух испытаний для одного и того же материала, полученных разными операторами на разном оборудовании в разных лабораториях.

#### X1.1.3 Внутрилабораторная прецизионность

Стандартное отклонение ежедневных результатов одной лаборатории, полученных одним и тем же оператором, и стандартное отклонение промежуточной внутрилабораторной прецизионности было определено с использованием статистического анализа по АСТМ Е 180 (см. таблицу X1.1). Для статистического анализа была использована версия 8.0 программного обеспечения системы статистического анализа (SAS).

Таблица X1.1 — Определение содержания воды в органических жидкостях кулонометрическим титрованием по Карлу Фишеру

В процентах по массе

Образец	Среднеариф- метическое значение (для всех лабора- торий)	Повторяемость, стандартное отклонение	Промежуточное стандартное отклонение	Воспроиз- водимость, стандартное отклонение	Предел повторяемости	Промежуточная прецизионность	Предел воспроизво- димости
MEG	0,0086	0,0009	0,0014	0,0025	0,0026	0,0038	0,0071
DEG	0,0649	0,0012	0,0014	0,0049	0,0032	0,0039	0,0137
TEG	0,0498	0,0019	0,0129	0,0157	0,054	0,0361	0,0439

X1.1.3.1 В соответствии с АСТМ Е 180 анализ предусматривает рассмотрение результатов двух испытаний каждого дня как полученных в условиях повторяемости, промежуточной и воспроизводимой прецизионности для каждого анализа. Повторяемость оценивали по двум наборам результатов повторных испытаний для каждого дня, а промежуточную прецизионность — по соответствию результатов за два дня для всех лабораторий. Предостережение — Поскольку два дня — это короткий период времени, значение промежуточной прецизионности по АСТМ Е 180, вероятно, будет занижено.

X1.1.4 Любое заключение о соответствии этих двух формулировок будет правильным с доверительной вероятностью 95 %.

# Х1.2 Смещение

Смещение не установлено, поскольку отсутствуют стандартные материалы для определения смещения.

Информация приведена в исследовательском отчете ASTM RR № E15-1062.

#### **FOCT P 56340-2015**

X1.3 Прецизионность была установлена на основании статистической обработки результатов испытаний трех материалов в 17 лабораториях. Были использованы следующие материалы:

- жидкость 1 моноэтиленгликоль (MEG);
- жидкость 2 диэтиленгликоль (DEG);
- жидкость 3 триэтиленгликоль (TEG).

X1.3.1 Для оценки эквивалентности двух результатов испытаний рекомендуется выбирать материал, характеристики которого наиболее близки к испытуемому материалу.

# Приложение ДА (справочное)

# Сведения о соответствии ссылочных стандартов национальным стандартам ASTM и действующим в этом качестве межгосударственным стандартам

# Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта ASTM	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ASTM D 1193-06 (2011)	_	*
ASTM D 4672—12	-	•
ASTM E 203-08	_	*

<sup>\*</sup> Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта.

УДК 661.7:543.613.22:543.551.4:006.354

OKC 71.080

Ключевые слова: органические жидкости, определение воды, кулонометрическое титрование по Карлу Фишеру

# Редактор Г.Н. Симонова Технические редакторы В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова Корректор Е.И. Рычкова Компьютерная верстка Г.В. Струковой

Сдано в набор 26.09.2019. Подписано в печать 10.10.2019. Формат 60 × 84 <sup>1</sup>/<sub>8</sub>. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,10.

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