ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52486— 2005 (ИСО 11890-2:2000)

Материалы лакокрасочные

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ (ЛОС)

Газохроматографический метод

ISO 11890-2:2000
Paints and varnishes — Determination of volatile organic compound (VOC) content — Part 2: Gas-chromatographic method (MOD)

Издание официальное

БЗ 12—2005/358

Москва
Стандартинформ
2006

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН ООО «Научно-производственная фирма «Спектр-Лакокраска», Техническим комитетом по стандартизации ТК 195 «Материалы лакокрасочные» на основе аутентичного перевода стандарта, указанного в пункте 4, который выполнен ВНИИКИ. Номер регистрации: 1082/ISO

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 195 «Материалы лакокрасочные»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 декабря 2005 г. № 512-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 11890-2:2000 «Краски и лаки. Определение содержания летучих органических соединений (ЛОС). Часть 2. Газохроматографический метод» (ISO 11890-2:2000 «Paints and varnishes — Determination of volatile organic compound (VOC) content — Part 2: Gas-chromatographic method»). При этом в него не включены ссылки на международные стандарты: ИСО 2811-2:1997 «Краски и лаки. Определение плотности. Часть 2. Метод погруженного тела (отвеса)», ИСО 2811-3:1997 «Краски и лаки. Определение плотности. Часть 3. Осцилляционный метод», ИСО 2811-4:1997 «Краски и лаки. Определение плотности. Метод давления чаши», не применяющиеся в государственной стандартизации Российской Федерации.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2004 (подраздел 3.5).

Фразы, показатели, их значения, включенные в текст настоящего стандарта для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации, выделены курсивом

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «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

© Стандартинформ, 2006

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

Материалы лакокрасочные

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ (ЛОС)

Газохроматографический метод

Paint materials.
Determination of volatile organic compound (VOC) content.
Gas-chromatographic method

Дата введения — 2007—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт входит в серию стандартов на отбор проб и проведение испытаний лакокрасочных материалов.

Стандарт устанавливает метод определения содержания летучих органических соединений (ЛОС) в *лакокрасочных материалах* и сырье. Настоящий метод применяют при ожидаемой *массовой доле* ЛОС от 0,1 % до 15 %. Если ожидаемая *массовая доля* ЛОС более 15 %, применяют более простой метод по ГОСТ Р 52485.

Метод основан на предположении, что летучие вещества являются водой или органическими соединениями. Когда *в лакокрасочном материале* присутствуют другие летучие неорганические соединения, их содержание определяют другим более подходящим методом и учитывают результаты такого определения при расчетах.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения

ГОСТ Р 52485—2005 Материалы лакокрасочные. Определение содержания летучих органических соединений (ЛОС). Разностный метод

ГОСТ 9980.2—86 Материалы лакокрасочные. Отбор проб для испытаний

ГОСТ 14870—77 Продукты химические. Методы определения воды

ГОСТ 28246—2005 Материалы лакокрасочные. Термины и определения

ГОСТ 28513—90 Материалы лакокрасочные. Метод определения плотности

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **летучее органическое соединение (ЛОС):** Любая органическая жидкость и/или твердое вещество, самопроизвольно испаряющееся при преобладающих значениях температуры и давления атмосферы, с которой оно контактирует.

[ГОСТ 28246—2005, статья 36]

3.2 **содержание летучих органических соединений (ЛОС):** Масса летучих органических соединений, содержащихся в лакокрасочном материале, определенная при заданных условиях.

Примечания

1 Свойства и количество соединений, которые следует учитывать, зависят от области применения лакокрасочного материала. Для каждой области применения предельно допустимые значения и методы определения или расчета таких соединений устанавливают регламентами или соглашением.

2* Согласно некоторым государственным законодательным актам применение термина ЛОС ограничено только теми соединениями, которые проявляют фотохимическую активность в атмосфере [1]. Любое другое соединение определяется в таком случае как фотохимически неактивное.

[адаптировано, ГОСТ 28246—2005]

3.3 **фотохимически неактивное соединение:** Органическое соединение, которое не участвует в атмосферных фотохимических реакциях (3.2, примечание 2).

3.4 **готовый к применению:** Состояние материала, наступающее после его смешивания в правильных пропорциях в соответствии с инструкциями изготовителя и разбавления при необходимости соответствующими *растворителями* таким образом, что он готов к применению утвержденным методом.

4 Сущность метода

После приготовления образца летучие органические соединения разделяют с помощью газовой хроматографии. В зависимости от типа материала применяют систему горячего или холодного ввода пробы. Предпочтительнее использовать систему горячего ввода пробы. После идентификации соединений проводят их количественную оценку по площадям пиков с использованием внутреннего эталона.

В зависимости от применяемого оборудования возможно также определение с помощью этого метода и содержания воды. Затем рассчитывают содержание ЛОС в образце.

5 Необходимая дополнительная информация

Для конкретного случая применения метод испытания, установленный в настоящем стандарте, должен быть дополнен необходимой информацией. Перечень дополнительной информации приведен в приложении А.

6 Оборудование

6.1 Газовый хроматограф

Прибор устанавливают и используют в соответствии с инструкциями изготовителя. Все детали прибора, контактирующие с испытуемым образцом, должны быть изготовлены из материала (например стекла), стойкого по отношению к образцу, т.е. из материала, который не будет вступать в химическую реакцию с образцом. *Марка (тип) хроматографа должна быть указана в нормативном документе на конкретный лакокрасочный материал.*

6.2 Система ввода пробы

6.2.1 Общие положения

Используют один из двух типов ввода по 6.2.2 или 6.2.3.

---

* Примечание 2 носит справочный характер и не применимо в Российской Федерации.

6.2.2 Система горячего ввода пробы с делителем потока (предпочтительная система)

Прибор должен иметь испаритель с изменяемой температурой и делителем потока. Температура ввода должна устанавливаться с точностью до 1 °С. Необходимо иметь возможность регулирования и контроля отношения деления потока. Вкладыш делителя потока должен содержать обработанную силаном стекловату для удерживания нелетучих компонентов. Конструкция прибора должна предусматривать возможность очистки вкладыша и заполнения его новой набивкой из стекловаты или, при необходимости, замены на новый, чтобы избежать ошибок из-за накопления пленкообразующего вещества или пигмента (адсорбции соединений). Эффект адсорбции подтверждается появлением хвоста у пика, особенно выраженного в случае низколетучих компонентов.

6.2.3 Система холодного ввода пробы с делителем потока

Система холодного ввода пробы должна быть обеспечена обогревом с программированием температуры в диапазоне от температуры окружающей среды до 300 °С и иметь входное отверстие в делителе потока, изготовленное из инертного материала типа стекла. Делитель потока должен быть снабжен набивкой из стекловаты, обработанной силаном, и поддерживаться в рабочем состоянии, как указано в 6.2.2. Необходимо иметь возможность регулирования и контроля отношения деления потока.

Прецизионность метода может возрасти, если система ввода пробы, особенно в случае горячего ввода, будет подсоединена к автоматическому дозатору. Необходимо следовать инструкциям изготовителя прибора при использовании автоматического дозатора.

6.2.4 Выбор системы ввода пробы

Выбор между системами горячего и холодного ввода зависит от типа испытуемого материала. Систему холодного ввода необходимо использовать для материалов, которые при высоких температурах выделяют вещества, вызывающие наложение пиков при определении.

Протекание реакций расщепления или разложения может быть установлено по изменениям на хроматограмме (например появление неизвестных пиков и увеличение или уменьшение размера пика) при различных температурах дозатора.

Система горячего ввода пробы охватывает все летучие компоненты, соединения и продукты расщепления пленкообразующих веществ и добавок. Продукты расщепления пленкообразующих веществ или добавок, которые идентичны компонентам продукта, могут быть отделены с помощью системы холодного ввода, поскольку они элюируются позднее в результате программируемого повышения температуры испарителя.

Система ввода пробы должна быть указана в нормативном документе на конкретный лакокрасочный материал.

6.3 Термостат

Термостат должен обеспечивать нагрев до температуры от 40 °С до 300 °С как в изотермическом режиме, так и в условиях программируемого изменения температуры. Он должен устанавливать температуру с точностью в пределах 1 °С. Конечная температура программы нагрева не должна превышать максимальную рабочую температуру колонки (6.5).

6.4 Детектор

Можно использовать любой из трех следующих детекторов.

6.4.1 Пламенно-ионизационный детектор (ПИД), работающий при температурах до 300 °С. Для предотвращения конденсации температура детектора должна быть не менее чем на 10 °С выше максимальной температуры термостата. Газоснабжение детектора, объем ввода пробы, отношение деления потока и регулирование усиления должны быть оптимизированы таким образом, чтобы сигналы (площади пиков), используемые для расчета, были пропорциональны количеству вещества.

6.4.2 Масс-спектрометр, *отградуированный* и настроенный, или другой масс-избирательный детектор.

6.4.3 ИК-спектрометр Фурье, *отградуированный согласно инструкциям изготовителя.*

6.5 Капиллярная колонка

Колонка должна быть изготовлена из стекла или плавленого кварца. Доказано, что хорошей разделительной способностью отличаются колонки достаточной длины для разделения летучих веществ, максимальным внутренним диаметром 0,32 мм, покрытые пленкой из полидиметилсилоксана или полиэтиленгликоля достаточной толщины. Неподвижная фаза и длина колонки должны быть выбраны таким образом, чтобы обеспечить требуемое разделение (приложение В, примеры).

Длина, внутренний диаметр колонки и толщина пленки должны быть указаны в нормативном документе на конкретный лакокрасочный материал.

6.6 Оборудование для качественного анализа

В случае, когда разделенные компоненты идентифицируют с помощью масс-избирательного детектора или ИК-спектрометра Фурье, этот прибор должен быть подсоединен к газовому хроматографу и эксплуатироваться согласно инструкциям изготовителя.

6.7 Шприц для ввода пробы

Вместимость шприца должна быть не менее чем в два раза больше объема пробы, вводимой в газовый хроматограф.

6.8 Записывающее устройство

Для записи хроматограммы применяют компенсационные самописцы.

6.9 Интегратор

Для измерения площади пиков используют электронную систему обработки данных (интегратор или компьютер). Параметры интегрирования для *градуировки* и анализа должны быть идентичны.

6.10 Сосуды для образца

Используют сосуды *(колбы, пробирки, бутылки)*, изготовленные, например, из стекла, которые могут быть герметизированы с помощью подходящего колпачка (например каучуковой мембраны, покрытой политетрафторэтиленом).

6.11 Газовые фильтры

В трубопроводах газового хроматографа должны быть фильтры для адсорбции остаточных примесей в подаваемых газах (6.12).

6.12 Газы

6.12.1 Газ-носитель: сухой, не содержащий кислорода гелий, азот или водород чистотой не менее 99,996 % (по объему).

6.12.2 Газы для питания детектора: водород чистотой не менее 99,999 % (по объему) и воздух (синтетический), свободный от органических соединений.

6.12.3 Вспомогательный газ: азот или гелий той же чистоты, что и газ-носитель.

7 Реактивы

7.1 Внутренний эталон

Внутренним эталоном должно быть вещество, которое не присутствует в образце и полностью отделяется от других компонентов на хроматограмме. Оно должно быть инертным по отношению к компонентам образца, устойчивым в требуемом интервале температур и известной чистоты. Обнаружено, что *для многих лакокрасочных материалов* пригодны такие соединения, как изобутанол и диметиловый эфир диэтиленгликоля. *В остальных случаях внутренний эталон подбирают экспериментальным путем.*

Внутренний эталон должен быть указан в нормативном документе на конкретный лакокрасочный материал.

7.2 Соединения для градуировки

Соединения, используемые для градуировки, должны иметь чистоту не менее 99 % (по массе) или быть известной чистоты.

Соединения для градуировки должны быть указаны в нормативном документе на конкретный лакокрасочный материал.

7.3 Растворитель для разбавления

Для разбавления образца используют органический растворитель. Он должен иметь чистоту не менее 99 % (по массе) или быть известной чистоты. Растворитель не должен содержать любых соединений, которые дают пики, перекрывающиеся на хроматограмме. Растворитель всегда испытывают отдельно, чтобы обнаружить загрязнения и возможное наложение пиков, особенно при анализе следовых количеств веществ.

Растворитель должен быть указан в нормативном документе на конкретный лакокрасочный материал.

Примечание — Обнаружено, что для многих лакокрасочных материалов пригодны такие растворители, как метанол и тетрагидрофуран. *В остальных случаях растворитель подбирают экспериментальным путем.*

8 Отбор проб

Отбирают *среднюю пробу* подлежащего испытанию материала (или каждого материала в случае многослойной системы) по ГОСТ 9980.2.

Проводят контроль и подготавливают каждый образец для испытания до состояния «готов к применению» по ГОСТ 9980.2.

9 Проведение испытаний

9.1 Плотность

Если требуется для расчета (10.3 — 10.5), плотность образца определяют по ГОСТ 28513. Определение плотности проводят при температуре (23 ± 2) °С.

9.2 Массовая доля воды

Определяют массовую долю воды в процентах по ГОСТ 14870, выбирая реагенты таким образом, чтобы они не препятствовали анализу соединений, содержащихся в образце. Если состав таких соединений неизвестен, то их подвергают качественному анализу (9.4).

Примечания

1 Типичными соединениями, которые могут препятствовать проведению анализа, являются кетоны и альдегиды. Для правильного выбора реагентов следует ориентироваться на сведения, которые обычно публикуют производители.

2 Если свойства материала, подлежащего испытанию, точно определены и известно, что он не содержит воду, то определение содержания воды в этом материале можно не проводить, приняв его равным нулю.

Тип реактива Фишера должен быть указан в нормативном документе на конкретный лакокрасочный материал.

9.3 Условия проведения газохроматографических измерений

9.3.1 Условия проведения газохроматографических измерений зависят от испытуемого материала и каждый раз должны оптимизироваться с использованием известной градуировочной смеси (приложение В, где приведены примеры условий, используемых для систем горячего и холодного ввода проб).

9.3.2 Объем ввода пробы и отношение деления потока следует координировать таким образом, чтобы не превышать возможности колонки и оставаться в пределах линейного диапазона детектора. Асимметричные пики служат верным признаком перегрузки газохроматографической системы.

9.4 Качественный анализ продукта

Если состав органических соединений в продукте неизвестен, их подвергают качественному анализу. Наиболее предпочтительным для этой цели следует считать газовый хроматограф, подсоединенный к масс-избирательному детектору или ИК-спектрометру Фурье (6.6), который запрограммирован на те же параметры настройки, которые заданы в 9.3.

9.5 Градуировка

9.5.1 Если соответствующие соединения являются доступными, то поправочный коэффициент определяют по следующей методике.

9.5.1.1 Взвешивают в сосуде (6.10) с точностью до 0,1 мг соединения, определенные по 9.4, в количествах, которые должны соответствовать их содержанию в испытуемом образце.

Взвешивают в этом же сосуде такое же количество внутреннего эталона (7.1) , разбавляют смесь растворителем (7.3) и вводят ее в прибор при тех же условиях, что и испытуемый образец.

9.5.1.2 Оптимизируют параметры настройки прибора в соответствии с 9.3.

9.5.1.3 Повторно вводят требуемое количество градуировочной смеси в газовый хроматограф. Рассчитывают поправочные коэффициенты для каждого из соединений по формуле

$$r_i = \frac{m_{ci} A_{is}}{m_{is} A_{ci}}, \quad (1)$$

где r_i — поправочный коэффициент для i-го соединения;

m_{ci} — масса i-го соединения в градуировочной смеси, г;

A_{is} — площадь пика внутреннего эталона;

m_{is} — масса внутреннего эталона в градуировочной смеси, г;

A_{ci} — площадь пика i-го соединения.

9.5.2 Если полученные пики не удается идентифицировать или соединения недоступны, то поправочный коэффициент следует считать равным 1,0.

9.6 Приготовление образца

В сосуде для образца взвешивают от 1 до 3 г образца с точностью до 0,1 мг и внутреннего эталона в количестве, которое должно соответствовать содержанию анализируемого материала в сосуде. Разбавляют полученный образец соответствующим количеством растворителя, тщательно закрывают сосуд и перемешивают содержимое.

Примечание — Образцы, содержащие пигменты или другие компоненты, осложняющие проведение испытания, можно очистить путем центрифугирования.

9.7 Количественное определение содержания соединения

9.7.1 Устанавливают параметры настройки прибора, как во время оптимизации при градуировке.

9.7.2 Вводят от 0,1 до 1 мм^3 испытуемого образца в газовый хроматограф и записывают его хроматограмму. Определяют площади пиков для каждого соединения и затем массу каждого соединения, присутствующего в *лакокрасочном материале*, рассчитывают по формуле

$$m_i = \frac{r_i A_i m_{is}}{m_s A_{is}}, \quad (2)$$

где m_i — масса i-го соединения в 1 г *лакокрасочного материала*, г;

r_i — поправочный коэффициент для i-го соединения (9.5.1.3);

A_i — площадь пика i-го соединения;

m_{is} — масса внутреннего эталона в испытуемом образце (9.6), г;

m_s — масса испытуемого образца (9.6), г.

A_{is} — площадь пика внутреннего эталона.

Примечание — Некоторые растворители такие, как бензин-нафта, при элюировании дают несколько пиков. При помощи большинства записывающих интеграторов общая площадь пиков может быть суммирована и обработана как один пик, если в этом интервале не элюируют другие соединения. Если конструкция интегратора не предусматривает такой операции в автоматическом режиме, то общую площадь суммируют вручную. Тогда приведенная выше формула может быть использована для определения количества растворителя в испытуемом образце.

10 Расчет

10.1 Общие положения

Рассчитывают содержание ЛОС по методу, установленному в нормативном документе *на конкретный лакокрасочный материал*. Если в НД не указывается какой-либо конкретный метод, то содержание ЛОС рассчитывают по методу 1.

Метод 1 считают предпочтительным благодаря тому, что он обеспечивает высокую прецизионность результатов за счет отсутствия операции определения плотности (что является потенциальным источником дополнительных ошибок).

10.2 Метод 1: *массовую долю* ЛОС, %, в *лакокрасочном материале*, «готовом к применению», *рассчитывают по формуле*

$$\text{ЛОС} = \sum_{i=1}^{i=n} 100 m_i, \quad (3)$$

где ЛОС — *массовая доля* ЛОС в *лакокрасочном материале*, «готовом к применению», %;

m_i — масса i-го соединения в 1 г испытуемого образца (9.7.2), г.

10.3 Метод 2: *массовую концентрацию* ЛОС, *г/дм³*, в *лакокрасочном материале*, «готовом к применению», *рассчитывают по формуле*

$$ЛОС = \sum_{i=1}^{i=n} 1000 m_i \rho_s, \quad (4)$$

где ЛОС — *массовая концентрация* ЛОС *в лакокрасочном материале*, «готовом к применению», *г/дм³;*

1000 — переводной коэффициент;

m_i — масса *i*-го соединения в 1 г испытуемого образца (9.7.2), г;

ρ_s — плотность испытуемого образца при температуре (23 ± 2) °С (9.1), *г/см³*.

10.4 Метод 3: *массовую концентрацию* ЛОС, *г/дм³*, *в лакокрасочном материале*, «готовом к применению», за исключением воды, *рассчитывают по формуле*

$$ЛОС_{lw} = \left(\frac{\sum_{i=1}^{i=n} m_i}{1 - \rho_s \frac{m_w}{\rho_w}} \right) 1000 \rho_s, \quad (5)$$

где $ЛОС_{lw}$ — *массовая концентрация* ЛОС *в лакокрасочном материале*, «готовом к применению», за исключением воды, *г/ дм³;*

m_i — масса *i*-го соединения в 1 г испытуемого образца (9.7.2), г;

m_w — масса воды в 1 г испытуемого образца (9.2), г;

ρ_w — плотность воды при температуре (23 ± 2) °С, *г/см³* (ρ_w = 0,997537 *г/ см³*);

1000 — переводной коэффициент;

ρ_s — плотность испытуемого образца при температуре (23 ± 2) °С (9.1), *г/см³*.

10.5 Метод 4: *массовую концентрацию* ЛОС, *г/дм³*, *в лакокрасочном материале*, «готовом к применению», за исключением воды и фотохимически неактивных соединений (используется только в случае применения национального законодательства), *рассчитывают по формуле*

$$ЛОС_{lwe} = \left(\frac{\sum_{i=1}^{i=n} m_i}{1 - \rho_s \frac{m_w}{\rho_w} - \rho_s \sum_{i=1}^{i=n} \frac{m_{eci}}{\rho_{eci}}} \right) 1000 \rho_s, \quad (6)$$

где $ЛОС_{lwe}$ — *массовая концентрация* ЛОС *в лакокрасочном материале*, «готовом к применению», за исключением воды и фотохимически неактивных соединений, *г/дм³;*

m_i — масса *i*-го соединения в 1 г испытуемого образца (9.7.2), г;

ρ_s — плотность испытуемого образца при температуре (23 ± 2) °С (9.1), *г/см³;*

m_w — масса воды в 1 г испытуемого образца (9.2), г;

ρ_w — плотность воды при температуре (23 ± 2) °С, *г/см³* (ρ_w = 0,997537 *г/ см³);*

m_{eci} — масса фотохимически неактивного соединения в 1 г испытуемого образца, г;

1000 — переводной коэффициент;

ρ_{eci} — плотность *i*-го фотохимически неактивного соединения, *г/ см³*.

11 Обработка результатов

Если результаты двух параллельных испытаний отличаются между собой на значение большее, чем указано в 12.2, испытание повторяют.

Рассчитывают среднее значение двух достоверных результатов повторных испытаний. Если значения *массовой доли* более 1 %, то их указывают в протоколе с точностью до 0,1 %. Если значения *массовой доли* менее или равны 1 %, то их указывают в протоколе с точностью до 0,01 %.

12 Прецизионность

12.1 Общие положения

Прецизионность метода испытания была определена по результатам межлабораторного испытания, проведенного в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-1 и ГОСТ Р ИСО 5725-2. Четыре различных материала испытывали в 5—7 лабораториях. Некоторые из полученных результатов при вычислении прецизионности метода не учитывались, поскольку выходили за пределы области его применения (таблица 1, сноска а). *Массовая доля* ЛОС для этих материалов составляла более 15 %, но они были испытаны только для лучшего сравнения с уровнем прецизионности, который обеспечивает метод испытания по ГОСТ Р 52485.

12.2 Предел повторяемости результатов *r*

Предел повторяемости результатов *r* — это значение, ниже которого предположительно будет находиться абсолютное значение разности между результатами двух отдельных испытаний, каждый из которых является средним значением результатов двух параллельных испытаний, выполненных на идентичном материале одним оператором в одной лаборатории в течение короткого периода времени по одному стандартизированному методу.

Повторяемость результатов для пяти повторных определений по этому методу, выраженная в виде коэффициента вариации повторяемости, составляет от 1 % до 8 %.

12.3 Предел воспроизводимости результатов *R*

Предел воспроизводимости результатов R — это значение, ниже которого предположительно будет находиться абсолютное значение разности между результатами двух испытаний, каждый из которых является средним значением результатов двух параллельных испытаний, полученных на идентичном материале операторами в различных лабораториях по одному стандартизированному методу.

Воспроизводимость результатов по этому методу, выраженная в виде коэффициента вариации воспроизводимости, составляет от 2 % до 11 %.

Таблица 1 — Результаты межлабораторного испытания

Параметр	*Дисперсионный материал*	Краска для нанесения методом катафореза	Водно-дисперсионная краска	Двухупаковочный лак [a)]
Количество лабораторий	5	7	5	6
Количество повторных определений	5	5	5	5
Среднее значение *массовой доли*, %	0,36	11,68	11,83	43,36
Среднеквадратичное отклонение воспроизводимости	0,04	0,24	1,22	4,73
Коэффициент вариации воспроизводимости	10,4	2,0	10,3	10,9
Среднеквадратичное отклонение повторяемости	0,01	0,17	0,88	4
Коэффициент вариации повторяемости	2,6	1,5	7,4	1,5

[a)] Данные не учитывались при определении прецизионности метода, так как среднее значение *массовой доли* ЛОС для этих материалов — более 15 %.

13 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующие данные:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) все сведения, необходимые для полной идентификации испытуемого продукта (наименование изготовителя, торговая марка, номер партии и т.д.);

c) пункты дополнительной информации, на которые дается ссылка в приложении А;

d) ссылку на международный или национальный стандарт, технические условия на продукцию или другой документ, содержащий информацию по перечислению c);

e) результаты испытания по разделу 10, используемый метод расчета (10.2, 10.3, 10.4 или 10.5);

f) любое отклонение от заданного метода испытания;

g) дату проведения испытания.

Приложение А
(обязательное)

Необходимая дополнительная информация

Для обеспечения возможности использования метода, указанного в настоящем стандарте, должна быть предоставлена дополнительная информация, перечисленная в настоящем приложении.

Необходимую информацию предпочтительно следует согласовать между заинтересованными сторонами, используя в качестве ее источника, частично или полностью, соответствующий международный или национальный стандарт или другой технический документ, относящийся к испытуемому продукту.

a) Органическое (ие) соединение (я), содержание которого(ых) следует определить (раздел 9).

b) Экспериментальные условия, которые должны использоваться (раздел 9).

c) Органические соединения (перечисление a), которые являются фотохимически неактивными.

d) Используемый метод расчета (раздел 10).

Приложение В
(справочное)

Примеры условий проведения газохроматографических измерений

В.1 Горячий ввод водоразбавляемого материала

Температура дозатора:	250 °С.
Отношение деления потока:	1:40.
Объем ввода:	0,5 мм^3, автоматический ввод.
Температурная программа термостата:	начальная температура — 70 °С; время выдержки в изотермическом режиме — 3 мин; скорость нагрева — 10 °С/мин; конечная температура — 200 °С; время выдержки в изотермическом режиме — 15 мин.
Температура детектора:	260 °С.
Газ-носитель:	гелий; давление на входе в колонку — 100 кПа.
Колонка:	длина — 25 м; внутренний диаметр — 0,2 мм, толщина пленки покрытия полиэтиленгликолем — 0,2 мкм.

В.2 Холодный ввод водоразбавляемого материала

Температурная программа системы холодного ввода:	температура ввода — 30 °С; скорость нагрева — 10 °С/с; первая температура выдержки — 100 °С; время выдержки — 10 с; скорость нагрева — 10 °С/с; вторая температура выдержки — 260 °С; время выдержки — 240 с; отношение деления потока — 1:20.
Объем ввода:	0,2 мм^3.
Температурная программа термостата:	начальная температура — 50 °С; время выдержки в изотермическом режиме — 4 мин; скорость нагрева — 8 °С/мин, конечная температура — 240 °С; время выдержки в изотермическом режиме — 10 мин.
Температура детектора:	280 °С.
Газ-носитель:	водород, давление на входе в колонку — 150 кПа.
Колонка:	длина — 50 м; внутренний диаметр — 0,32 мм; толщина пленки покрытия полидиметил-силоксаном — 1,0 мкм.

В.3 Горячий ввод материала, не содержащего воды

Температура дозатора:	250 °С.
Отношение деления потока:	1:100.
Объем ввода:	0,2 мм^3, автоматический ввод.
Температурная программа термостата:	начальная температура — 40 °С; скорость нагрева — 3 °С/мин, конечная температура — 175 °С; время выдержки в изотермическом режиме — 15 мин.
Температура детектора:	260 °С.

Газ-носитель:	гелий; давление на входе в колонку — 170 кПа.
Колонка:	длина — 50 м; внутренний диаметр — 0,2 мм; толщина пленки покрытия полидиметилсилоксаном — 0,25 мкм.

В.4 Холодный ввод материала, не содержащего воды

Температурная программа системы холодного ввода:	температура ввода — 40 °С; скорость нагрева — 10 °С/с; первая температура выдержки — 100 °С; время выдержки — 10 с; скорость нагрева — 10 °С/с; вторая температура выдержки —250 °С; время выдержки — 200 с; отношение деления потока — 1:100.
Объем ввода:	0,2 мм^3.
Температурная программа термостата:	начальная температура — 40 °С; скорость нагрева — 3 °С/мин; конечная температура — 175 °С; время выдержки в изотермическом режиме — 10 мин.
Температура детектора:	260 °С.
Газ-носитель:	гелий; давление на входе в колонку — 170 кПа.
Колонка:	длина — 50 м; внутренний диаметр — 0,32 мм; толщина пленки покрытия полидиметилсилоксаном — 0,25 мкм.

Приложение С
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации, использованным в настоящем стандарте в качестве нормативных ссылок

Таблица С.1

Обозначение ссылочного национального стандарта Российской Федерации	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта и условное обозначение степени его соответствия ссылочному национальному стандарту
ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002	ИСО 5725-1:1994 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения» (IDT)
ГОСТ Р ИСО 5725-2—2002	ИСО 5725-2:1994 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений» (IDT)
ГОСТ Р 52485—2005 (ИСО 11890-1:2000)	ИСО 11890-1:2000 «Краски и лаки. Определение содержания летучих органических соединений (ЛОС). Часть 1. Разностный метод» (MOD)
ГОСТ 9980.2—86	ИСО 1513:1992 «Лаки и краски. Контроль и подготовка образцов для испытаний» (MOD); ИСО 15528:2000 «Краски, лаки и сырье для них. Отбор проб» (NEQ)
ГОСТ 14870—77	ИСО 760:1978 «Определение воды. Метод Карла Фишера (основной метод)» (NEQ)
ГОСТ 28246—2005	ИСО 4618-1:1998 «Краски и лаки. Термины и определения для лакокрасочных материалов. Часть 1. Общие термины» (NEQ)
ГОСТ 28513—90	ИСО 2811-1:1997 «Краски и лаки. Определение плотности. Часть 1. Пикнометрический метод» (NEQ)

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичные стандарты;
- MOD — модифицированные стандарты;
- NEQ — неэквивалентные стандарты.

Библиография

[1] ASTM D 3960—98 Standard practice for determining volatile organic compound (VOC) content of paints and related coatings

УДК 667.64.001.4:006.354 ОКС 87.040 Л19 ОКСТУ 2309

Ключевые слова: лакокрасочные материалы, летучие органические соединения, газохроматографический метод, капиллярные колонки, горячий ввод, холодный ввод, детекторы, внутренний эталон, образцы для испытания, расчет

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 20.02.2006. Подписано в печать 12.04.2006. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,40. Тираж 344 экз. Зак. 239. С 2693.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru