МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 14714— 2017

МАСЛА ЭФИРНЫЕ И ЭКСТРАКТЫ АРОМАТИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

Метод определения остаточного содержания бензола

(ISO 14714:1998, IDT)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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 ПОДГОТОВЛЕН Товариществом с ограниченной ответственностью «Kazakhstan Business Solution» (Технический комитет по стандартизации Республики Казахстан № 91 «Химия») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Комитетом технического регулирования и метрологии Министерства по инвестициям и развитию Республики Казахстан

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по результатам голосования в АИС МГС (протокол от 14 июля 2017 г. № 101-П)

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
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Институт стандартизации Молдовы
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 16 января 2024 г. № 12-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 14714—2017 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2025 г. с правом досрочного применения

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 14714:1998 «Масла эфирные и экстракты ароматических соединений. Метод определения остаточного содержания бензола» («Essential oils and aromatic extracts. Determination of residual benzene content», IDT).

Международный стандарт разработан техническим комитетом ISO/TC 54 «Эфирные масла» Международной организации по стандартизации (ISO).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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»

© ISO, 1998
© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024



В Российской Федерации 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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 1
4 Реагенты 1
5 Приборы и устройства 1
6 Подготовка образца для испытания 2
7 Условия работы 2
8 Методы количественного анализа 2
9 Точность 3
10 Протокол испытания 3
Приложение А (справочное) Результаты межлабораторных испытаний 4
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам 5

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

МАСЛА ЭФИРНЫЕ И ЭКСТРАКТЫ АРОМАТИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

Метод определения остаточного содержания бензола

Essential oils and aromatic extracts.
Determination of residual benzene content

Дата введения — 2025—01—01
с правом досрочного применения

1 Область применения

Настоящий стандарт описывает метод определения остаточных примесей бензола в эфирных маслах и экстрактах ароматических соединений с использованием статической парофазной газовой хроматографии.

Настоящий стандарт применяют к продуктам с остаточным содержанием бензола, приблизительно равным $10 \cdot 10^{-6}$ (10 млн$^{-1}$).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты [для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения)]:

ISO 356 Essential oils – Preparation of test samples (Масла эфирные. Подготовка образцов для испытаний)

ISO 7609 Essential oils — Analysis by gas chromatography on capillary columns – General method (Эфирные масла. Анализ методом газовой хроматографии на капиллярных колонках. Общий метод)

3 Сущность метода

Метод заключается в анализе методом газовой хроматографии с использованием статической парофазы на капиллярной колонке, либо методом пламенно-ионизационного детектора, либо методом обнаружения посредством масс-спектрометрии. Остаточное содержание бензола определяют при помощи использования метода градуировочного графика.

4 Реагенты

4.1 Стандартные вещества: бензол, чистота не менее 99 %, определяемая хроматографически.

4.2 Диэтилфталат без бензоловых примесей проверяют в условиях проведения испытания.

5 Приборы и устройства

5.1 Хроматограф, самописец и интегратор в соответствии с ISO 7609.

5.2 Капиллярная колонка имеет следующие характеристики:

- длина: от 30 до 60 м;
- внутренний диаметр: от $0{,}20 \cdot 10^{-3}$ до $0{,}50 \cdot 10^{-3}$ м;
- неподвижная фаза: рекомендуют полиметилсилоксановый тип.

Издание официальное

5.3 Пламенно-ионизационный детектор или масс-детектор.

5.4 Парофазное устройство ввода пробы, для ввода парофазных паров, состоящее либо из 5.4.1, либо из 5.4.2.

5.4.1 Газовая шприцевая система (ручная), с герметичными пробками.

5.4.2 Автоматическое оборудование для ввода пробы.

6 Подготовка образца для испытания

Подготовку испытуемого образца проводят в соответствии с ISO 356.

7 Условия работы

7.1 Хроматографические условия работы

7.1.1 Температура во время введения пробы составляет 150 °С.

7.1.2 Температуру термостата поддерживают на постоянном уровне в пределах от 40 °С до 60 °С в течение 15 мин, с последующим быстрым температурным программированием для извлечения каких-либо менее летучих веществ.

7.1.3 Температура пламенно-ионизационного детектора должна находиться в пределах 200 °С и 250 °С.

7.1.4 Скорость потока газа-носителя и дополнительных газов приведена в ISO 7609.

7.2 Условия работы парофазного устройства ввода пробы

7.2.1 Образец выдерживают в термостате при температуре от 70 °С до 75 °С.

7.2.2 Указанную температуру поддерживают не менее 30 мин.

8 Методы количественного анализа

8.1 Градуировочный график

8.1.1 Подготовка стандартных растворов

Базовый раствор взвешивают с точностью до 0,0001 г. Подготавливают базовый раствор бензола в диэтилфталате (4.2) с содержанием массовой доли бензола 1 %. Путем последующего разведения по массе готовят ряд стандартных растворов с содержанием массовой доли бензола в диапазоне от $1 \cdot 10^{-6}$ до $25 \cdot 10^{-6}$ (от 1 до 25 млн$^{-1}$), т. е. $25 \cdot 10^{-6}$, $10 \cdot 10^{-6}$, $5 \cdot 10^{-6}$ и $1 \cdot 10^{-6}$ (25; 10; 5 и 1 млн$^{-1}$).

8.1.2 Введение паровой фазы стандартных растворов

Образец для испытания, помещаемый в парофазную колбу для пробы (5.4), имеет следующие характеристики:

- идентичный для всех процедур (калибровка и количественный анализ);
- составляет от одной десятой до половины общей вместимости колбы.

8.1.3 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика отмечают области бензоловых маркеров, полученных для последующего введения в парофазу стандартных растворов. График данных областей строят в зависимости от концентрации.

8.1.4 Подтверждение правильности градуировочного графика

Перед каждым анализом проверяют правильность градуировочного графика путем подготовки и повторного взвешивания бензолового раствора с содержанием массовой доли в пределах от 0 до $25 \cdot 10^{-6}$ (25 млн$^{-1}$). Введение паровой фазы проверочного раствора при тех же условиях, что и при калибровке, дает точку, имеющуюся на градуировочном графике.

Если условие не выполнено, заново определяют градуировочный график с новым взвешиванием и новой проверкой правильности.

8.2 Количественный анализ

8.2.1 Подготовка образца

Образец в парофазной колбе должен быть идентичен образцу, используемому для калибровки. Если его содержание больше, чем поле градуировочного графика, то его разбавляют тем же растворителем.

8.2.2 Введение образца

Введение образца проводят в соответствии с 8.1.2.

8.2.3 Определение остаточного содержания бензола

Содержание бензола определяют с использованием градуировочного графика, построенного в 8.1, чтобы содержание бензола соответствовало области анализа образца с учетом любого разбавления.

При применении масс-спектрометра используют аналогичный аналитический метод. Калибровку и количественный анализ выполняют не менее чем на 78-м ионе, наглядно представляя спектр в хроматографической зоне удержания бензола.

Примечание — Рекомендуют использование масс-детектора, если имеются проблемы с разделением или идентификацией бензола.

9 Точность

Межлабораторное испытание

Межлабораторное испытание, организованное в 1991 году с участием семи лабораторий, дало результаты, приведенные в приложении А в информационных целях.

Повторяемость

Различие между двумя отдельными независимыми результатами испытаний, полученными с использованием того же метода на идентичном материале, подлежащем испытанию в той же лаборатории и тем же оператором с использованием того же устройства и в течение короткого интервала времени, не более чем в пяти процентах случаях превышает 6,5 %.

Воспроизводимость

Разница между двумя отдельными результатами испытаний, полученными с использованием того же метода на идентичном материале, подвергающемся испытанию в разных лабораториях разными операторами с использованием различных устройств, не более чем в пяти процентах случаев превышает 13,50 %.

10 Протокол испытания

Протокол испытаний — в соответствии с ISO 7609.

Приложение А
(справочное)

Результаты межлабораторных испытаний

Таблица А.1

Значения умножают на 10^{-6} ($млн^{-1}$)

Количество измерений	Лаборатории						
	1	2	3	4	5	6[a)]	7
7	9,52	10,20	9,60	10,00	9,20	9,50	10,40
7	9,97	10,30	9,60	11,00	9,90	10,40	10,20
6	10,13	10,30	9,20	10,80	9,30		10,30
6	10,16	10,00	9,20	11,10	9,90		10,10
5	10,58	10,40	8,80	10,40			10,40
5	10,58	10,10	9,20	11,30			9,90
5	9,68	10,60	9,00	11,00			9,60
5	9,54	10,60	8,80	10,00			10,30
4		10,60	8,70	10,50			10,20
2			8,80				9,80
1			9,20				
1			9,20				
54							
Результаты							
Минимум:	9,52	10,00	8,70	10,00	9,20	9,50	9,60
Максимум:	10,58	10,60	9,60	11,30	9,90	10,40	10,40
Среднее значение:	10,02	10,34	9,11	10,68	9,58	9,95	10,12
Минимальное отклонение:	0,50	0,34	0,41	0,68	0,38	0,45	0,52
Максимальное отклонение:	0,56	0,26	0,49	0,62	0,33	0,45	0,28
Максимальное относительное отклонение:	5,59 %	3,33 %	5,40 %	6,35 %	3,92 %	4,52 %	5,14 %
Расхождение:	0,18	0,05	0,09	0,23	0,14	0,41	0,07
Стандартное отклонение повторяемости:	0,42	0,22	0,30	0,48	0,38	0,64	0,27
Минимум:	8,70						
Максимум:	11,30						
Среднее значение:	9,95						
Минимальное отклонение:	1,25 = 12,55 %						
Максимальное отклонение:	1,35 = 13,58 %						
Расхождение:	0,41						
Стандартное отклонение воспроизводимости:	0,64						

[a)] Приведенные значения являются минимумом и максимумом семи измерений.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ISO 356	IDT	ГОСТ ISO 356—2014 «Масла эфирные. Подготовка проб для испытаний»
ISO 7609	IDT	ГОСТ ISO 7609—2014 «Масла эфирные. Анализ методом газовой хроматографии на капиллярных колонках. Общий метод»

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

- IDT — идентичные стандарты.

УДК 665.5:543.86:006.354 МКС 71.100.60 IDT

Ключевые слова: масла эфирные, определение, экстракты, ароматические соединения, бензол

Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 18.01.2024. Подписано в печать 05.02.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,15.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru