ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(ЕАСС)
EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(EASC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 34175— 2017

УПАКОВКА

Газохроматографическое определение содержания бензола, толуола, этилбензола, м-, о- и п-ксилолов, изопропилбензола, стирола, α-метилстирола, бензальдегида в воздушной среде

Издание официальное

Зарегистрирован
№ 13347
14 июня 2017 г.

Минск
Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены».

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН республиканским унитарным предприятием «Научно-практический центр гигиены»

2 ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации по результатам голосования в АИС МГС (протоколом от 7 июня 2017 г. №99-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	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт подготовлен на основе Методических рекомендаций № 01.023-07 «Газохроматографическое определение гексана, гептана, бензола, толуола, этилбензола, м-, о-, п-ксилолов, изопропилбензола, н-пропилбензола, стирола, α-метилстирола, бензальдегида в воздухе из замкнутого объема, содержащего материалы различного состава»

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных (государственных) органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация также будет опубликована в сети Интернет на сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

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

УПАКОВКА
Газохроматографическое определение содержания бензола, толуола, этилбензола, м-, о- и п-ксилолов, изопропилбензола, стирола, α-метилстирола, бензальдегида в воздушной среде

Packing

Gas chromatographic determination of benzene, toluene, ethylbenzene, m-, o- and p-xylene, isopropylbenzene, styrene, α-methylstyrene, benzaldehyde content in the air medium

Дата введения -

Предупреждение – Настоящий стандарт не рассматривает все вопросы безопасности, связанные с его использованием.

Внимание! Испытания, проводимые в соответствии с настоящим стандартом, должны выполняться персоналом, прошедшим соответствующее обучение.

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает газохроматографический метод определения содержания бензола, толуола, этилбензола, м-, о- и п-ксилолов, изопропилбензола, стирола, α-метилстирола, бензальдегида, выделяющихся из образца упаковки (укупорочного средства) в воздушную среду, в диапазоне массовых концентраций 0,005–0,12 мг/м^3 для этилбензола, изопропилбензола, α-метилстирола, бензальдегида, бензола, м-, о- и п-ксилолов, 0,050–1,20 мг/м^3 для толуола и 0,001–0,024 мг/м^3 для стирола (при отборе 2,5 дм^3 воздуха).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.030—81 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Защитное заземление, зануление

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3022–80 Водород технический. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-6—2003 [1)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 5955—75 Реактивы. Бензол. Технические условия

ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

[1)] На территории Республики Беларусь действует СТБ ИСО 5725-6-2002.

Издание официальное

ГОСТ 17433—80 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по каталогу, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

Если ссылочные стандарты заменены (изменены), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться действующими взамен стандартами. Если ссылочные стандарты отменены без замены, то положение, в котором дана ссылка на них, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **упаковка:** Изделие, которое используется для размещения, защиты, транспортирования, загрузки и разгрузки, доставки и хранения сырья и готовой продукции.

3.2 **укупорочное средство:** Изделие, предназначенное для укупоривания упаковки и сохранения ее содержимого.

3.3 **контрольная проба:** Проба воздуха, отобранная из стеклянной емкости (эксикатора), не содержащей образец.

4 Сущность метода

Метод определения содержания бензола, толуола, этилбензола, м-, о- и п-ксилолов, изопропилбензола, стирола, α-метилстирола, бензальдегида, выделившихся из образца упаковки (укупорочного средства) в воздушную среду, основан на:

- выдерживании образца упаковки (укупорочного средства) в стеклянной емкости (эксикаторе) при определенной температуре и времени экспозиции;
- улавливании органических веществ из воздуха стеклянной емкости (эксикатора) твердым сорбентом;
- термической десорбции определяемых веществ и определении их на капиллярных колонках с различной полярностью неподвижной фазы, детектировании на двух пламенно-ионизационных детекторах (ПИД);
- идентификации по времени удерживания и количественном определении методом абсолютной градуировки.

5 Реактивы и оборудование

5.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и лабораторная посуда

5.1.1 Хроматограф газовый, оснащенный двумя ПИД с линейным динамическим диапазоном не менее 10^7 и пределом допускаемого значения относительного среднеквадратичного отклонения выходного сигнала не более 2 %, термодесорбером и программным обеспечением.

5.1.2 Кварцевые капиллярные колонки:

- колонка длиной 60 м, внутренним диаметром 0,53 мм, со слоем неподвижной жидкой фазы — карбовакс 20М, толщиной 1,0 мкм (например, ZB-Wax) [1)];
- колонка длиной 60 м, внутренним диаметром 0,53 мм, со слоем неподвижной жидкой фазы — цианопропил-фенил с массовой долей 6 %, диметилполисилоксан с массовой долей 94 %, толщиной 3,0 мкм (например, DB-624) [1)].

5.1.3 Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1, специального класса точности, с пределом измерений 200 г и пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ±0,000 5 г.

5.1.4 Аспиратор с расходами по каналам 1, 2 от 20 до 200 $см^3$/мин, с основной приведенной погрешностью задания расхода в каждой точке не более ±5 % и основной относительной погрешностью измерения времени не больше ±0,5 % (например, Хроматэк ПВ-2) [1)].

[1)] Данная информация приведена для удобства пользователя настоящего стандарта и не является рекомендацией по использованию данной продукции.

5.1.5 Гигрометр-термометр цифровой, с диапазоном измерений температуры от 0 °С до плюс 60 °С и абсолютной погрешностью ±0,5 °С, с диапазоном измерений влажности от 0 % до 98 % и абсолютной погрешностью ±3 % (например, ГТЦ-1) [1)].

5.1.6 Барометр-анероид с диапазоном измерений 80–106 кПа, с пределами рабочей допускаемой погрешности ±0,2 кПа (например, БАММ-1) [1)].

5.1.7 Десорбер (например, десорбер производства СКБ Хроматэк) [1)].

5.1.8 Устройство ввода в сорбционную трубку (например, устройство ввода в сорбционную трубку производства СКБ Хроматэк) [1)].

5.1.8 Эксикатор 1-250 по ГОСТ 25336 или стеклянная емкость с крышкой, имеющие две отводные трубки (см. рисунок А.1 (приложение А.1)).

5.1.10 Лабораторная посуда:

- колбы мерные 2-50-2, 2-250-2 по ГОСТ 1770;
- пипетки 1-1-2-1, 1-1-2-2, 1-1-2-5, 1-1-2-10 по ГОСТ 29227;
- мерные цилиндры 1-1000-2, 1-2000-2 по ГОСТ 1770.

5.1.11 Стеклянная сорбционная трубка длиной 115 мм, наружным диаметром 6 мм, заполненная сорбентом Carbopack B 60/80 (или комбинированная сорбционная трубка, заполненная, например, сорбентами Tenax GR 35/60, Carbopack B 60/80, Carbosieve S-III 60/80) [1)].

Примечание — Для комбинированных трубок указываются данные всех сорбентов от начала к концу сорбционной трубки по направлению отбора. Конец трубки отмечен биркой.

5.1.12 Контейнер для хранения сорбционной трубки.

5.1.13 Микрошприц вместимостью 10 мм^3, погрешность дозирования ±1 % (например, Hamilton 701 RN) [1)].

5.2 Реактивы и материалы

5.2.1 Бензол по ГОСТ 5955, х. ч.

5.2.2 Толуол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.

5.2.3 п-Ксилол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.

5.2.4 м-Ксилол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.

5.2.5 Изопропилбензол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.

5.2.6 о-Ксилол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.

5.2.7 Стирол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.

5.2.8 α-Метилстирол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.

5.2.9 Бензальдегид с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.

5.2.10 Этилбензол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.

5.2.11 Метанол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.

5.2.12 Гелий газообразный сжатый, с объемной долей основного вещества не менее 99,9999 %, в баллонах с редуктором, например, марки 6,0 [1)] [1] (или азот газообразный по ГОСТ 9293, о. с. ч., с объемной долей основного вещества не менее 99,996 %, в баллонах с редуктором).

5.2.13 Водород технический по ГОСТ 3022.

5.2.14 Воздух сжатый по ГОСТ 17433.

Примечание — Допускается применение аналогичных средств измерений, вспомогательного оборудования, посуды и реактивов с метрологическими, техническими характеристиками и показателями качества не хуже, чем у приведенных выше.

6 Требования безопасности

При выполнении анализа и работы с химическими реактивами необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности по ГОСТ 12.1.030, а также требования, изложенные в технических документах на используемое оборудование и средства измерений.

Помещение лаборатории должно быть оснащено приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

Содержание вредных веществ в воздухе помещения лаборатории не должно превышать допустимые значения по ГОСТ 12.1.005.

[1)] Данная информация приведена для удобства пользователя настоящего стандарта и не является рекомендацией по использованию данной продукции.

7 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке результатов могут быть допущены лица, имеющие высшее или среднее специальное образование, опыт работы в химической лаборатории и с газовым хроматографом. Оператор должен быть знаком с устройством хроматографа и операциями, проводимыми при выполнении измерений и обработке результатов.

8 Условия выполнения измерений

При приготовлении растворов, подготовке проб и выполнении измерений соблюдают следующие условия окружающей среды:

- температура воздуха при работе — (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление — (84,0–106,7) кПа (630–800 мм ртутного столба);
- влажность воздуха — не более 80 %.

9 Подготовка к проведению измерений

Перед выполнением измерений должны быть проведены следующие работы: подготовка средств измерений, вспомогательного оборудования, приготовление градуировочных растворов, идентификация пиков определяемых веществ, установление градуировочных характеристик, подготовка проб к измерениям.

9.1 Подготовка средств измерений, вспомогательного оборудования

9.1.1 Подготовка хроматографа, термодесорбера, капиллярных колонок

Подготовку хроматографа, термодесорбера проводят в соответствии с инструкциями по эксплуатации.

Кварцевые капиллярные колонки соединяют с одним испарителем с помощью специального разветвителя, в котором поток газа-носителя делится пополам и попадает в каждую капиллярную колонку.

Колонки предварительно кондиционируют, не соединяя выходные концы колонок с детекторами, в термостате хроматографа с расходом газа-носителя 3–5 $см^3$/мин, с программированием температуры от 50 °С до 230 °С со скоростью 10 °С/мин, выдерживая в течение 2 ч при 230°С. Входы в детекторы при этом заглушают графитовыми прокладками.

После охлаждения термостата колонок хроматографа выходные концы колонок подсоединяют к пламенно-ионизационным детекторам.

Устанавливают необходимый режим работы хроматографа. При использовании колонок (см. 5.1.2) наиболее подходящими являются следующие условия хроматографирования:

- условия работы термодесорбера:
  - конфигурация:
    - температура крана — 220 °С;
    - температура переходной линии — 230 °С;
  - подготовка:
    - температура трубки (начальная) — 45 °С;
    - температура ловушки (нижняя) — минус 2 °С;
    - расход газа-носителя — 10 $см^3$/мин;
    - время стабилизации параметров — 1 мин;
  - десорбция:
    - температура трубки — 250 °С;
    - расход продувочного газа — 30 $см^3$/мин;
    - время десорбции — 8 мин;
  - анализ:
    - температура ловушки (верхняя) — 250 °С;
    - скорость нагрева — 500 °С/мин;
    - время нагрева — 1 мин;
- условия проведения газохроматографического анализа:
  - температура детектора (ПИД) — 250 °С;
  - температура испарителя — 220 °С;

- условия работы для капиллярных колонок:
  - температура первого изотермического участка — 45 °С;
  - длительность первого изотермического участка — 7 мин;
  - скорость программирования температуры — 5 °С/мин;
  - температура второго изотермического участка — 135 °С;
  - длительность второго изотермического участка — 0 мин;
  - скорость программирования температуры — 20 °С;
  - температура третьего изотермического участка — 220 °С;
  - длительность третьего изотермического участка — 1,75 мин;
  - давление на входе в капиллярную колонку — 52,6 кПа;
  - расход газа-носителя на поддув детектора — 40 $см^3$/мин;
  - расход водорода — 40 $см^3$/мин;
  - расход воздуха — 400 $см^3$/мин;
  - общее время анализа — 31 мин.

Допускается проведение анализа в других условиях хроматографирования, обеспечивающих разделение определяемых веществ.

Проверяют герметичность соединения газовых каналов.

Контролируют шум и дрейф нулевой линии на соответствие инструкции по эксплуатации прибора. Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала ПИД должен быть не более 2×10^{-14} А. Дрейф нулевого сигнала ПИД должен быть не более 4×10^{-13} А/ч. Если данные показатели не удовлетворяют установленным величинам, необходимо выявить и устранить причины.

9.1.2 Подготовка к работе сорбционных трубок

При первичном кондиционировании сорбционную трубку устанавливают в термостат десорбера в соответствии с инструкцией по эксплуатации и постепенно повышают температуру от 100 °С до 300 °С через три или четыре ступени, при расходе инертного газа около 100 $см^3$/мин.

Время кондиционирования новой трубки должно быть не менее 1 ч. Температура кондиционирования не должна превышать максимальную рабочую температуру самого термолабильного сорбента.

При последующем кондиционировании сорбционных трубок температуру кондиционирования можно задавать на величину от 10 °С до 20 °С выше температуры десорбции, а время — от 15 до 30 мин.

После кондиционирования сорбционную трубку проверяют на чистоту, проводят холостой анализ при условиях хроматографирования, указанных в 9.1.1. В случае наличия примесей процедуру кондиционирования повторяют.

Сорбционную трубку чистят перед проведением отбора пробы. Подготовленные к работе сорбционные трубки помещают в специальные контейнеры и хранят в герметичной емкости с чистым белым хлопчатобумажным мешочком, заполненным активированным углем.

9.1.3 Подготовка устройства ввода в сорбционную трубку и проверка чистоты продувочного газа

Подготовку устройства ввода в сорбционную трубку проводят в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

Для продувки сорбционных трубок используют продувочный газ — гелий, азот.

Для проверки чистоты продувочного газа сорбционную трубку помещают в устройство ввода и в течение 25 мин продувают газом без ввода градуировочного раствора со скоростью 100 $см^3$/мин.

После этого сорбционную трубку помещают в термодесорбер и проводят анализ при условиях, приведенных в 9.1.1.

Если при этом дрейф нулевой линии не превышает величины, указанной в спецификации изготовителя (не более 2 %), и отсутствуют пики на хроматограмме, то газ можно использовать для продувки сорбционной трубки.

Если данные показатели не удовлетворяют допустимым величинам, надо:

1) поставить дополнительные фильтры очистки газа;

2) заменить баллон с газом.

9.2 Приготовление градуировочных растворов

9.2.1 Приготовление исходных растворов бензола, этилбензола, м-, о- и п-ксилолов, изопропилбензола, α-метилстирола, бензальдегида в метаноле

Исходные растворы бензола, этилбензола, м-, о- и п-ксилолов, изопропилбензола, α-метилстирола, бензальдегида готовят раздельно.

В мерной колбе вместимостью 50 см^3, содержащей около 20 см^3 метилового спирта, взвешивают навеску массой 450–500 мг определяемого вещества с точностью до 0,1 мг. Доводят объем раствора метиловым спиртом до метки и тщательно перемешивают.

Точную массовую концентрацию определяемого вещества в каждом исходном растворе C_1, мг/см^3, рассчитывают по формуле

$$C_1 = \frac{m \cdot p}{V_1}, \quad (1)$$

где m — масса навески определяемого вещества, мг;

p — содержание основного вещества в долях единицы;

V_1 — вместимость мерной колбы, см^3.

Исходные растворы стабильны при хранении в колбах с притертыми пробками при температуре от 2 °С до 8 °С в течение 1 мес.

9.2.2 Приготовление исходного раствора стирола в метаноле

В мерной колбе вместимостью 50 см^3, содержащей около 20 см^3 метилового спирта, взвешивают навеску массой 90–100 мг стирола с точностью до 0,1 мг. Доводят объем раствора метиловым спиртом до метки и тщательно перемешивают.

Точную массовую концентрацию стирола в исходном растворе C_1, мг/см^3, рассчитывают по формуле (1).

Исходный раствор стирола стабилен при хранении в колбах с притертыми пробками при температуре от 2 °С до 8 °С в течение 1 мес.

9.2.3 Приготовление исходного раствора толуола в метаноле

В мерной колбе вместимостью 50 см^3, содержащей около 20 см^3 метилового спирта, взвешивают навеску массой 2 500–3 000 мг толуола с точностью до 0,1 г. Доводят объем раствора метиловым спиртом до метки и тщательно перемешивают.

Точную массовую концентрацию толуола в исходном растворе C_1, мг/см^3, рассчитывают по формуле (1).

Исходный раствор толуола стабилен при хранении в колбах с притертыми пробками при температуре от 2 °С до 8 °С в течение 1 мес.

9.2.4 Приготовление совместного раствора с массовой концентрацией 0,5 мг/см^3 бензола, этилбензола, м-, о- и п-ксилолов, изопропилбензола, α-метилстирола, бензальдегида, 5,0 мг/см^3 толуола и 0,1 мг/см^3 стирола

Совместный раствор готовят из исходных растворов бензола, толуола, этилбензола, м-, о- и п-ксилолов, изопропилбензола, α-метилстирола, бензальдегида, стирола.

Объем каждого исходного раствора V_c, см^3, необходимый для получения заданной массовой концентрации определяемого вещества в совместном растворе, рассчитывают по формуле

$$V_c = \frac{C_2 \cdot V_2}{C_1}, \quad (2)$$

где C_2 — заданная массовая концентрация определяемого вещества в совместном растворе, мг/дм^3;

V_2 — вместимость мерной колбы, см^3;

C_1 — точная массовая концентрация исходного раствора, мг/дм^3.

Результат рассчитывают до второго знака после запятой и округляют до первого знака после запятой.

Рассчитанные объемы исходных растворов V_c, см^3, вносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3, содержащую около 20 см^3 метилового спирта, объем в колбе доводят до метки метиловым спиртом и тщательно перемешивают.

Совместный раствор стабилен в течение 3 сут при температуре от 2 °С до 8 °С.

9.2.5 Приготовление градуировочных растворов для установления градуировочных характеристик

Градуировочные растворы бензола, толуола, этилбензола, м-, о- и п-ксилолов, изопропилбензола, стирола, α-метилстирола, бензальдегида готовят в мерных колбах вместимостью 50 см^3. Для этого в каждую мерную колбу, содержащую около 20 см^3 метилового спирта, вносят совместный раствор в количестве в соответствии с таблицей 1, доводят уровень метиловым спиртом до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 1 — Схема приготовления градуировочных растворов бензола, толуола, этилбензола, м-, о- и п-ксилолов, изопропилбензола, стирола, α-метилстирола, бензальдегида

Номер градуировочного раствора	1	2	3	4	5	6	7
Объем совместного раствора, $см^3$	1,25	2,5	5,0	7,5	10,0	15,0	30,0
Масса вещества в 1 $мм^3$ градуировочного раствора, мкг							
Бензол	0,012 5	0,025	0,050	0,075	0,10	0,15	0,30
Этилбензол							
п-Ксилол							
м-Ксилол							
Изопропилбензол							
о-Ксилол							
α-Метилстирол							
Бензальдегид							
Стирол	0,002 5	0,005	0,010	0,015	0,020	0,030	0,060
Толуол	0,125	0,25	0,50	0,75	1,00	1,50	3,00

Срок хранения градуировочных растворов — не более 1 сут при хранении в колбах с притертыми пробками при температуре от 2°С до 8°С.

9.3 Идентификация пиков определяемых веществ

Идентификацию пиков анализируемых веществ проводят на каждом из каналов детекторов по времени удерживания при хроматографировании градуировочных растворов.

При проведении идентификации на двух каналах определяемые вещества обозначаются одинаковым наименованием на каждом канале детектора. Время удерживания указывается с точностью до трех знаков после запятой, окно поиска не должно превышать ±1 %.

Если на одном из каналов разделение пика определяемого вещества и посторонних пиков при условиях хроматографирования, указанных в 9.1.1, невозможно, его идентификацию проводят по времени удерживания на одном канале.

Градуировочный график строят по результатам измерений, полученных с того канала детектора, где пересечение областей поиска с другими определяемыми веществами менее вероятно. Пик на втором канале служит для более надежной и достоверной идентификации определяемого вещества. При этом необходимо следить за тем, чтобы площади пиков, соответствующие одному определяемому веществу на разных каналах, не отличались более чем на 10 %.

Например, порядок выхода анализируемых веществ на капиллярных колонках ZB-Wax [1)] и DB-624 [1)] представлен в таблице 2. При использовании других колонок время удерживания может отличаться от указанного.

Таблица 2 — Ориентировочное время удерживания определяемых веществ на двух параллельных колонках

ZB-Wax [1)]		DB-624 [1)]	
Наименование вещества	Ориентировочное время удерживания, мин	Наименование вещества	Ориентировочное время удерживания, мин
1	2	3	4
Бензол	9,500	Бензол	14,573
Толуол	13,290	Толуол	19,849
Этилбензол	16,545	Этилбензол	24,156
п-Ксилол	16,858	п-Ксилол	24,504
м-Ксилол	17,117	м-Ксилол	24,504
Изопропилбензол	18,290	о-Ксилол	25,621
о-Ксилол	18,794	Стирол	25,621
Стирол	21,569	Изопропилбензол	26,437
α-метилстирол	23,720	α-метилстирол	28,071
Бензальдегид	28,289	Бензальдегид	28,430

[1)] Данная информация приведена для удобства пользователя настоящего стандарта и не является рекомендацией по использованию данной продукции.

9.4 Установление градуировочных характеристик

Градуировочные характеристики, выражающие зависимость площади (высоты) хроматографического пика от массы каждого вещества, устанавливают по трем сериям из семи растворов.

Для ввода градуировочных растворов в сорбционную трубку и последующей отдувки растворителя используют устройство ввода в сорбционную трубку. С помощью микрошприца, проткнув иглой стекловату, наносят 1 мм^3 каждого градуировочного раствора на поверхность сорбента сорбционной трубки со стороны отбора пробы (отсутствия бирки). Масса вещества в 1 мм^3 градуировочного раствора соответствует содержанию этого вещества в 2,5 дм^3 отбираемого воздуха.

Далее отдувают растворитель из сорбционной трубки в течение 1 мин со скоростью 100 см^3/мин (для метанола).

По окончании продувки сорбционную трубку помещают в термодесорбер и проводят анализ при условиях, приведенных в 9.1.1. Для каждого градуировочного раствора надо использовать три разные сорбционные трубки.

Для установления градуировочных характеристик используют программное обеспечение прибора. Градуировочные графики описываются линейной зависимостью вида Y = bx площади (высоты) пика от массы вещества в диапазонах 0,012 5–0,30 мкг для бензола, этилбензола, м-, о- п-ксилолов, изопропилбензола, α-метилстирола, бензальдегида, 0,125–3,0 мкг для толуола и 0,002 5–0,06 мкг для стирола.

Градуировку проводят раз в три месяца, а также после ремонта хроматографа. Проверку стабильности времени удерживания определяемых веществ и стабильности градуировочного графика проводят перед началом каждой серии анализов при периодической работе либо после 20 анализов при непрерывной работе хроматографа путем хроматографирования градуировочного раствора № 2, полученного согласно таблице 1.

Градуировочный график считается пригодным для выполнения измерений, если относительное расхождение между найденным по градуировочной зависимости значением массы вещества в 1 мм^3 градуировочного раствора № 2 $m_{изм}$ и значением приписанной ему массы m_x не превысит норматива стабильности K:

$$\frac{|m_{изм} - m_x|}{m_x} 100\ \% \le K. \qquad (3)$$

Норматив стабильности представлен в таблице 3.

Таблица 3 — Норматив стабильности градуировочного графика

Наименование определяемого вещества	K, %
Бензол	12,0
Толуол	
Этилбензол	
м-Ксилол	
о-Ксилол	
п-Ксилол	
Изопропилбензол	
Стирол	
α-Метилстирол	
Бензальдегид	

9.5 Подготовка проб к измерениям

При использовании эксикатора исполнения 1 по ГОСТ 25336 (см. 5.1.8) из крышки эксикатора удаляют вакуумный кран и вставляют резиновую пробку, в которую помещают две стеклянные отводные трубки. Трубки размещают таким образом, чтобы одна трубка немного не доходила до дна эксикатора, а вторая оканчивалась под пробкой, с таким расчетом, чтобы при отборе пробы воздуха протягиваемый воздух проходил через всю емкость.

Отводные трубки закрывают подходящими заглушками для предотвращения воздухообмена. Образец помещают в стеклянную емкость (эксикатор). Соотношение общей площади всех поверхностей образца упаковки (укупорочного средства) и фактической вместимости стеклянной емкости (эксикатора) должно составлять 1 : 2,5 см^2/см^3. Фактическую вместимость стеклянной емкости (эксикатора) определяют путем заполнения стеклянной емкости (эксикатора) и при необходимости применяемой крышки

водой с помощью мерных цилиндров соответствующей вместимости с последующим суммированием полученных объемов воды.

При проведении испытания образца упаковки (укупорочного средства), изготовленного из комбинированных материалов, определение проводят только из слоя, непосредственно контактирующего с упаковываемой продукцией. Например, подготовленные образцы упаковки одинакового размера накладывают друг на друга сторонами, не контактирующими с упакованным продуктом, торцы образцов изолируют по периметру материалом, не содержащим определяемые вещества (например, алюминиевой фольгой).

Продолжительность контакта испытуемого образца, а также температурный режим устанавливают в соответствии с требованиями [2] и (или) нормативных документов, действующих на территории государства, принявшего стандарт. Для проведения испытания используют две пробы одного образца упаковки (укупорочного средства), которые помещают в разные стеклянные емкости (эксикаторы).

После соответствующей экспозиции открывают заглушки и через емкость с образцом аспирируют воздух автоматическим пробоотборником воздуха с объемным расходом 100 $см^3$/мин через сорбционные трубки в течение 25 мин.

Сорбционную трубку подключают маркированным концом к аспиратору. При использовании комбинированных трубок проба сначала должна проходить через слабый сорбент, а потом через сильный.

Контрольную пробу воздуха отбирают автоматическим пробоотборником воздуха из стеклянной емкости (эксикатора) без образца, выдержанной в аналогичных с испытуемыми образцами условиях.

После отбора пробы воздуха сорбционные трубки отсоединяют от аспиратора и помещают в специальный контейнер для хранения. Сорбционная трубка в контейнере может храниться перед анализом в герметичной емкости с чистым белым хлопчатобумажным мешочком, заполненным активированным углем, в течение 1 сут.

Если анализ проб не будет проводиться в течение 8 ч после отбора, то контейнер с сорбционной трубкой дополнительно помещают в герметичную емкость с чистым белым хлопчатобумажным мешочком, заполненным активированным углем.

10 Проведение измерений

После проведения отбора пробы и выхода хроматографа и термодесорбера на режим сорбционную трубку помещают в печь термодесорбера и проводят измерения при условиях, приведенных в 9.1.1. Десорбция происходит в направлении, обратном направлению отбора пробы.

Первоначально проводят анализ контрольной пробы воздуха.

По окончании хроматографического анализа проводят идентификацию по времени удерживания и вычисление массовой концентрации определяемых веществ.

11 Обработка результатов измерений

Массу вещества m, уловленного в сорбционную трубку из воздуха, рассчитывают по установленным в 9.4 индивидуальным градуировочным зависимостям с помощью системы обработки данных. Масса вещества в 1 $мм^3$ градуировочного раствора соответствует содержанию этого вещества в 2,5 $дм^3$ отбираемого воздуха.

Массовую концентрацию каждого вещества X, $мг/м^3$, выделившегося из образца упаковки (укупорочного средства) в воздушную среду, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m}{V_0}, \qquad (4)$$

где m — масса каждого определяемого вещества в пробе, найденная по градуировочной зависимости, мкг;

V_0 — объем воздуха, отобранный для анализа, $дм^3$ (V_0 = 2,5 $дм^3$)

Если при измерении контрольной пробы обнаружено присутствие пиков одного или нескольких определяемых веществ, то значения массовых концентраций соответствующих веществ в контрольной пробе вычитают из значений их массовых концентраций, выделившихся из образца упаковки (укупорочного средства) в воздушную среду.

За результат измерения принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений:

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (5)$$

где X_1, X_2 — значения массовых концентраций определяемого вещества в каждой из двух проб, мг/м^3.

Вычисления массовой концентрации определяемого вещества, выделяющегося в воздушную среду, выполняют в диапазоне измерений 0,001–0,10 мг/м^3 с точностью до четвертого десятичного знака, с округлением окончательного результата измерений до третьего знака, в диапазоне 0,10–1,20 мг/м^3 с точностью до третьего десятичного знака, с округлением до второго, если выполнено условие приемлемости по 12.2.

Окончательный результат измерения массовой концентрации бензола, толуола, этилбензола, м-, о- и п-ксилолов, изопропилбензола, стирола, α-метилстирола, бензальдегида, выделившихся из образца упаковки (укупорочного средства) в воздушную среду, представляют в следующем виде:

$$\overline{X} \pm U, \text{ мг/м}^3, \quad (6)$$

где U — расширенная неопределенность.

Расширенную неопределенность измерения массовой концентрации определяемого вещества, выделяющегося из образца упаковки (укупорочного средства) в воздушную среду, в абсолютном виде вычисляют по формуле

$$U = \left(U/X\right) \cdot \overline{X} \cdot 0{,}01, \quad (7)$$

где U/X — относительная расширенная неопределенность измерения массовых концентраций определяемых веществ, выделившихся из образца упаковки (укупорочного средства) в воздушную среду, которая не должна превышать значения, приведенные в таблицах 4 и 5.

0,01 — коэффициент пересчета неопределенности из процентов в доли единицы.

За отсутствие принимается массовая концентрация определяемого вещества, выделившегося из образца упаковки (укупорочного средства) в воздушную среду, менее указанного минимального значения диапазона определяемых концентраций (см. раздел 1).

12 Контроль точности результатов измерений

12.1 Метрологические характеристики метода

Метод обеспечивает получение результатов измерения с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблицах 4–6, при доверительной вероятности P = 0,95, коэффициенте охвата k = 2.

Таблица 4 — Показатели прецизионности и относительная расширенная неопределенность результатов измерений при доверительной вероятности P = 0,95 и коэффициенте охвата k = 2 для бензола, этилбензола, м-, о- и п-ксилолов, изопропилбензола, α-метилстирола, бензальдегида

Диапазон измерений, мг/м^3	Предел повторяемости r, %	Предел промежуточной прецизионности $r_{I(TO)}$, %	Относительная расширенная неопределенность U/X, %
0,005–0,12	28	39	31

Таблица 5 — Показатели прецизионности и относительная расширенная неопределенность результатов измерений при доверительной вероятности P = 0,95 и коэффициенте охвата k = 2 для стирола

Диапазон измерений, мг/м^3	Предел повторяемости r, %	Предел промежуточной прецизионности $r_{I(TO)}$, %	Относительная расширенная неопределенность U/X, %
0,001–0,024	29	38	42

Таблица 6 — Показатели прецизионности и относительная расширенная неопределенность результатов измерений при доверительной вероятности P = 0,95 и коэффициенте охвата k = 2 для толуола

Диапазон измерений, мг/м^3	Предел повторяемости r, %	Предел промежуточной прецизионности $r_{I(TO)}$, %	Относительная расширенная неопределенность U/X, %
0,050–1,200	27	35	27

12.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений массовых концентраций бензола, толуола, этилбензола, м-, о- и п-ксилолов, изопропилбензола, стирола, α-метилстирола, бензальдегида, выделившихся из образца упаковки (укупорочного средства) в воздушную среду, полученных в условиях повторяемости, проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6.

Если относительное значение разности между результатами двух параллельных определений не превышает предела повторяемости, то все результаты параллельных определений признаются приемлемыми и конечный результат определения является их среднеарифметическим значением:

$$\frac{|X_2 - X_1| \cdot 100}{\overline{X}} \le r, \quad (8)$$

где X_1, X_2 — значение результатов параллельных определений в условиях повторяемости, мг/дм^3;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, рассчитанное по формуле (5), мг/дм^3;

r — предел повторяемости для двух параллельных определений, значение которого приведено в таблицах 4–6, %.

При невыполнении условия (8) контроль повторяют. При повторном превышении указанного норматива должны быть выяснены и устранены причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля повторяемости.

12.3 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности

Проверку приемлемости результатов измерений массовой концентрации определяемых веществ, выделившихся из образца упаковки (укупорочного средства) в воздушную среду, полученных в условиях промежуточной прецизионности, проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6.

Значение относительной разности между двумя результатами испытаний, полученными в условиях промежуточной прецизионности, не должно превышать предел промежуточной прецизионности.

Результаты измерений, проведенных в условиях промежуточной прецизионности, считают приемлемыми при условии:

$$\frac{|X_2 - X_1| \cdot 100}{\overline{X}} \le r_{I(TO)}, \quad (9)$$

где X_1, X_2 — значения двух массовых концентраций определяемого вещества, полученные в условиях промежуточной прецизионности, мг/м^3;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух определений, мг/м^3;

$r_{I(TO)}$ — предел промежуточной прецизионности, значение которого приведено в таблицах 4–6, %.

Результаты измерений должны быть получены с изменяющимися факторами «оператор — время».

При невыполнении условия (9) контроль повторяют. При повторном превышении указанного норматива должны быть выяснены и устранены причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля промежуточной прецизионности.

13 Отчет об испытаниях

Отчет об испытаниях должен включать следующее:

a) ссылку на настоящий стандарт;

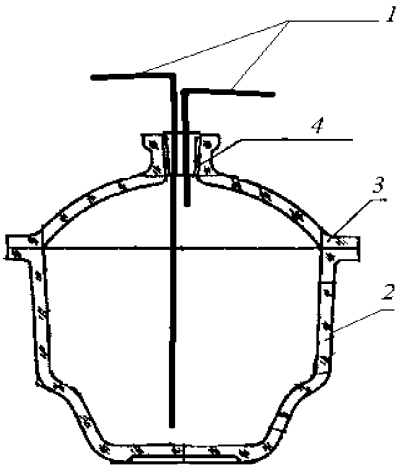
b) детальную информацию, необходимую для полной идентификации образца упаковки (укупорочного средства);

c) информацию, касающуюся подготовки проб к измерениям в соответствии с 9.5;

d) значение массовой концентрации бензола, толуола, этилбензола, м-, о- и п-ксилолов, изопропилбензола, стирола, α-метилстирола, бензальдегида, рассчитанное и выраженное в соответствии с разделом 11, или указание об отсутствии определяемого вещества;

e) любое отклонение, по соглашению или иное, от установленного метода.

Приложение А
(справочное)



1 — стеклянные трубки; 2 — корпус; 3 — крышка с отверстием; 4 — резиновая пробка

Рисунок А.1 — Стеклянная емкость (эксикатор), имеющая две отводные трубки, используемая для приготовления воздушной вытяжки

Библиография

[1] ТУ 0271-001-45905715-02 Гелий газообразный высокой чистоты (сжатый)

[2] ТР ТС 005/2011 «О безопасности упаковки» (приложение 2)

УДК 621.798.08:543.272.75(083.74)(476) МКС 55.020; 71.040.99

Ключевые слова: упаковка, укупорочные средства, газовая хроматография, бензол, толуол, этилбензол, м-, о- и п-ксилолы, изопропилбензол, стирол, α-метилстирол, бензальдегид

gost.e-ecolog.ru