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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33450— 2015

УПАКОВКА

Определение содержания диметилтерефталата методом газовой хроматографии в воздушной среде

Издание официальное

Зарегистрирован
№ 11354
1 сентября 2015 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 РАЗРАБОТАН государственным учреждением «Республиканский научно-практический центр гигиены»

2 ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации по результатам голосования (протоколом от 27 августа 2015 г. № 79-П)

За принятие стандарта 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
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 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»

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств.

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

УПАКОВКА
Определение содержания диметилтерефталата методом газовой хроматографии в воздушной среде

Packaging

Determination of dimethylterephthalate content by gas chromatography method in air medium

Дата введения —

Предупреждение — Лица, применяющие настоящий стандарт, должны знать обычные лабораторные методы. В настоящем стандарте не рассматриваются все вопросы безопасности, связанные с его применением. Пользователь несет всю ответственность за принятие соответствующих мер безопасности и охраны здоровья, а также обеспечение соответствия всем национальным требованиям.

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

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает газохроматографический метод определения содержания диметилтерефталата, выделяющегося из упаковки в воздушную среду в диапазоне 0,0050 до 0,0200 мг/м^3.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие технические нормативные правовые акты в области технического нормирования и стандартизации (далее — ТНПА):

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

ГОСТ 4204—77 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-1—2003 [1)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ ИСО 5725-6—2003 [2)] Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 5789—78 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 9805—84 Спирт изопропиловый. Технические условия

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

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

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

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

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

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ ИСО 5725-1, а также 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 **точность**: Близость результата испытаний к принятому эталонному значению величины.

Примечание — Термин «точность», когда он относится к серии наблюдаемых значений, описывает сумму составляющих случайной погрешности и общих составляющих систематической погрешности. Точность включает правильность и прецизионность.

3.3 **градуировочный раствор**: Раствор, используемый для построения градуировочного графика.

3.4 **контрольная проба**: Проба воздуха эксикатора, не содержащего образец.

3.5 **линейность**: Пропорциональная зависимость между измеряемым содержанием определяемого компонента и аналитическим сигналом средства измерения выбранного метода.

Примечание — Линейная зависимость должна быть определена в пределах диапазона применения метода измерений.

3.6 **прецизионность**: Близость между независимыми результатами испытаний, полученными при определенных принятых условиях.

Примечание — Прецизионность зависит только от распределения случайных ошибок и не связана ни с истинным, ни с заданным значением.

3.7 **воспроизводимость**: Прецизионность в условиях воспроизводимости.

3.8 **условия воспроизводимости**: Условия, при которых результаты испытаний получены одним и тем же методом на идентичных образцах испытаний в различных лабораториях, разными операторами с использованием различного оборудования.

3.9 **предел воспроизводимости *R***: Такое значение, что абсолютная разность между двумя результатами испытаний, полученными в условиях воспроизводимости, будет ожидаться меньше его или равной ему с вероятностью 95 %.

3.10 **повторяемость**: Прецизионность в условиях повторяемости.

3.11 **условия повторяемости**: Условия, при которых независимые результаты испытаний получены одним методом на идентичных образцах испытаний в одной лаборатории одним оператором с использованием одного оборудования и за короткий интервал времени.

3.12 **предел повторяемости *r***: Такое значение, что абсолютная разность между двумя результатами испытаний, полученных в условиях повторяемости, будет ожидаться меньше его или равной ему с вероятностью 95 %.

3.13 **градуировочный раствор**: Раствор, используемый для построения градуировочного графика.

3.14 **диметилтерефталат; ДМТ**: Диметиловый эфир терефталевой кислоты.

4 Принцип метода

Измерение концентраций диметилового эфира терефталевой кислоты в воздушной среде основано на его концентрировании из воздуха в изопропиловый спирт с последующим газохроматографическим определением на хроматографе с детектором по электронному захвату.

5 Реактивы, оборудование и материалы

5.1 Реактивы и материалы

Все реактивы должны иметь указание степени чистоты и подходить для данного метода.

5.1.1 Диметилтерефталат, х. ч.

5.1.2 Толуол по ГОСТ 5789, ч. д. а.

5.1.3 Азот газообразный по ГОСТ 9293, о. с. ч., с объемным содержанием вещества 99,99 об. %.

5.1.4 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

5.1.5 Спирт изопропиловый по ГОСТ 9805, х. ч.

5.1.6 Кислота серная по ГОСТ 4204, разбавленная 1:1 (по объему).

5.1.7 Насадка для хроматографической колонки: неполярная неподвижная фаза SE-30, 5 % от массы твердого носителя хроматон N-AW-DMCS (зернением 0,16–0,20 мм).

5.2 Оборудование

5.2.1 Газовый хроматограф, оснащенный детектором по электронному захвату.

5.2.2 Стеклянная хроматографическая колонка, длиной 100 см, внутренним диаметром 0,3 см.

5.2.3 Весы лабораторные по ГОСТ 24104 с пределами допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более +0,0001 г.

5.2.4 Автоматический пробоотборник воздуха.

Автоматический пробоотборник воздуха ОП-442 ТЦ с основной приведенной погрешностью задания расхода в каждой точке не более ±5 % и основной относительной погрешностью измерения времени не более ±0,5 %.

5.2.5 Эксикатор, вместимость 10 литров.

5.2.6 Горизонтальный встряхиватель с не менее чем 300 горизонтальных движений в минуту.

5.2.7 Стандартная лабораторная посуда.

Колбы мерные по ГОСТ 1770, 2-50-2, 2-100-2.

Пробирки градуированные по ГОСТ 1770, П-2-15-14/23ХС.

Цилиндр мерный по ГОСТ 1770, 3-100-2.

Пипетки по ГОСТ 29227, 1-1-2-1, 1-1-2-10.

5.2.8 Поглотительный прибор с пористой пластинкой.

5.2.9 Микрошприц Hamilton 701 RN (вместимостью 10 мм^3), точность дозирования ±1 % номинального объема.

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

6 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 % при температуре 25) °С.

7 Методика измерения

Перед выполнением измерений должны быть проведены следующие работы: подготовка измерительной и вспомогательной аппаратуры, приготовление градуировочных растворов диметилтерефталата, установление градуировочной характеристики прибора.

7.1 Подготовка измерительной аппаратуры

Систему газового хроматографа настраивают согласно инструкции по эксплуатации. Устанавливают рабочие режимы для термостата детектора, термостата испарителя и термостата колонки, устанавливают расход газа-носителя. Проводят стабилизацию работы хроматографа на рабочих режимах в течение 30–40 мин. Регулярно контролируют шум и дрейф нулевой линии на соответствие спецификации изготовителя. Если результаты испытаний не удовлетворяют допустимым величинам, необходимо выявить и устранить причины.

7.2 Приготовление растворов

7.2.1 Исходный градуировочный раствор диметилтерефталата в толуоле с концентрацией 1,0 мг/см^3.

0,05 г диметилтерефталата взвешивают с точностью до 0,0001 г, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, растворяют в толуоле и доводят до метки толуолом; 1 см^3 раствора содержит 1,0 мг диметилтерефталата. Основной градуировочный раствор устойчив при хранении в мерной колбе в холодильнике в течение шести месяцев.

7.2.2 Рабочий градуировочный раствор с концентрацией диметилтерефталата 10 мкг/см^3 готовят из исходного градуировочного раствора.

1,0 см^3 исходного градуировочного раствора вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки толуолом. Раствор устойчив в течение шести месяцев в холодильнике.

7.2.3 Приготовление градуировочных растворов.

Градуировочные растворы готовят разбавлением рабочего градуировочного раствора (см. 7.2.2) толуолом. Приготавливают, как минимум пять градуировочных растворов.

0,25; 0,4; 0,5; 0,75 и 1,0 $см^3$ стандартного раствора (см. 7.2.2) вносят в мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ и доводят объемы до метки толуолом. Концентрация ДМТ в полученных растворах составляет соответственно 0,05; 0,08; 0,1; 0,15 и 0,2 $мкг/см^3$.

7.3 Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость высоты (площади) хроматографического пика от концентрации вещества, устанавливают по трем сериям из пяти растворов. Расчет градуировочного графика зависимости высоты пика (площади) от концентрации диметилтерефталата проводят методом наименьших квадратов.

Градуировочный график подчиняется зависимости $y = bx$ и имеет линейную зависимость высоты пика (площади) от концентрации диметилтерефталата в диапазоне от 0,05–0,20 $мкг/см^3$.

7.3.1 Контроль градуировочного графика

Градуировочный график строится на длительное время (несколько месяцев).

Контроль градуировочного графика осуществляется каждый раз перед началом измерений не менее чем по двум точкам в рабочем диапазоне измерений. Для контроля градуировочного графика в точке 0,05 $мкг/см^3$ норматив стабильности не должен превышать 7,5 %, в точке 0,10 $мкг/см^3$ — 4 %.

В противном случае необходимо построение нового градуировочного графика не менее чем по 5 точкам.

7.4 Подготовка проб к анализу

Исследуемый образец упаковки помещают в стеклянную емкость (эксикатор), имеющую две отводные трубки: одну — доходящую до дна, вторую — оканчивающуюся под пробкой с таким расчетом, чтобы при взятии пробы протягиваемый воздух проходил через всю емкость. Обработка образцов проводится при определенной экспозиции, температурном режиме и с учетом площади поверхности образца ([1], приложение 2). Соотношение площади образца к объему воздуха эксикатора 1 $см^2$: 2,5 $см^3$. Исследуют две параллельные пробы. После соответствующей экспозиции через емкость с образцом протягивают воздух. Количество протягиваемого воздуха должно быть в 3 раза больше объема емкости с образцом. Таким же образом отбирают контрольную пробу воздуха, подаваемого в эксикатор.

Для определения диметилтерефталата воздух со скоростью 1,0 $дм^3$/мин отбирают из емкости в поглотительный прибор, содержащий 5 $см^3$ изопропилового спирта при охлаждении (вода со льдом).

7.5 Проведение анализа

7.5.1 Подготовка проб

Поглотительный раствор после отбора пробы сливают в пробирку, добавляют четырехкратное количество воды, 1 $см^3$ толуола, 1–2 капли раствора серной кислоты (1:1) для предотвращения пенообразования, смесь энергично встряхивают в течение 3 мин. Верхний толуольный слой используют для анализа. 5 мкл толуольного экстракта вводят в испаритель хроматографа не менее 2 раз.

7.5.2 Хроматографический анализ

Определение диметилтерефталата, выделившегося в воздушную среду из образца, проводится на газовом хроматографе. Условия хроматографирования приведены в приложении А. Проводят анализ двух параллельных проб. Каждую пробу хроматографируют не менее двух раз.

8 Обработка результатов

Массовую концентрацию диметилтерефталата в воздухе C, $мг/м^3$, рассчитывают по формуле

$$C = \frac{c \cdot V}{V_1}, \quad (1)$$

где c — концентрация, найденная по градуировочному графику, $мкг/см^3$;

V — объем толуольного экстракта, $см^3$;

V_1 — объем эксикатора, $дм^3$.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных проб:

$$C_{ср} = \frac{C_1 + C_2}{2}, \quad (2)$$

где C_1, C_2 — среднеарифметические значения концентрации диметилтерефталата, мг/м^3, в каждой из двух параллельных проб, рассчитанные по формуле (1);

$C_{ср}$ — среднее значение концентрации, найденное по результатам двух параллельных определений (мг/м^3).

Гарантированный результат анализа представляют в следующем виде:

$$C = C_{ср} \pm U, \quad (3)$$

где U — расширенная неопределенность концентрации диметилтерефталата в пробе воздуха.

Расширенная неопределенность U оценена для всего диапазона концентраций.

Установлена зависимость максимальной расширенной неопределенности U от значения измеряемой величины C (концентрации диметилтерефталата в воздухе):

$$U = 0{,}6519C^2 - 0{,}0016C + 0{,}0007 \text{ мг/м}^3,\ k = 2,\ P = 95\ \%. \quad (4)$$

Окончательный результат определения выражают в виде концентрации диметилтерефталата в воздушной среде с округлением до четвертого десятичного знака.

9 Контроль точности результатов измерений

Проверку приемлемости результатов осуществляют согласно ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.2.2).

9.1 Контроль повторяемости

Расхождение между двумя результатами испытания, полученными одним и тем же оператором при работе на одном и том же оборудовании при одинаковых условиях испытания на идентичном испытуемом образце не должно превышать предела повторяемости.

Если абсолютное значение разности между результатами двух проб параллельных определений. не превышает показателя повторяемости r (см. таблицу 1):

$$|C_1 - C_2| < r, \quad (5)$$

где C_1, C_2 — результаты единичных измерений, рассчитанных по формуле (1), мг/м^3;

r — предел повторяемости, мг/м^3 (см. таблицу 1),

то все результаты параллельных измерений признаются приемлемыми, и конечный результат измерений является их средним арифметическим значением.

При невыполнении условия (5) контроль повторяют. При повторном превышении указанного норматива должны быть выяснены и устранены причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля повторяемости.

9.2 Контроль воспроизводимости

Контроль воспроизводимости результатов измерений проводится не реже 2–3 раз в месяц с использованием рабочих проб. Контроль воспроизводимости обязателен после ремонта оборудования или существенных изменений условий выполнения измерений.

Значение абсолютной разности между двумя результатами испытаний — первичного и повторного — содержания диметилтерефталата в одной и той же пробе, полученное в условиях воспроизводимости, не должно превышать предела воспроизводимости R (таблица 1):

$$|C_1 - C_2| < R, \quad (6)$$

где C_1, C_2 — результат первичного и повторного измерения, рассчитанного по формуле (1);

R — предел воспроизводимости, мг/м^3 (см. таблицу 1).

При выполнении условия (6) оба результата считаются приемлемыми. При невыполнении условия (6) контроль повторяют. При повторном превышении указанного норматива должны быть выяснены и устранены причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля.

Таблица 1 — Пределы повторяемости и внутрилабораторной воспроизводимости методики при доверительной вероятности $P = 0,95$

Диапазон измерений в воздухе, мг/м^3	Предел повторяемости r, мг/м^3	Предел внутрилабораторной воспроизводимости R, мг/м^3
От 0,0050 до 0,0200	0,0005	0,0009

10 Отчет об испытаниях

Отчет об испытаниях должен включать:

а) ссылку на настоящий стандарт;

б) детальную информацию, необходимую для полной идентификации образцов упаковки;

в) информацию, касающуюся подготовки проб для анализа образцов в соответствии с разделом 7;

г) массовую концентрацию диметилтерефталата, рассчитанную и выраженную в соответствии с разделом 8;

д) все проводимые операции, не включенные в настоящий стандарт, которые могут повлиять на конечный результат.

Приложение А
(обязательное)

Условия хроматографирования

Набивка колонки	5 % SE-30 на хроматоне N-AW-DMCS (зернением 0,16–0,20 мм),
Длина колонки	100,0 см
Внутренний диаметр колонки	3,0 см
Детектор	электронного захвата
Температура термостата колонок	160 °С
Температура испарителя	250 °С
Температура детектора	200 °С
Скорость потока газа-носителя азота	30 $см^3$/мин
Объем вводимой пробы	5 $мм^3$
Скорость протяжки ленты самописца	0,6 см/мин
Время удерживания ДМТ	70 с

Библиография

[1] ТР ТС 005/2011 О безопасности упаковки

УДК 621.798.08:661.744.24(083.74)(476) МКС 71.040.99; 55.020
Ключевые слова: упаковка, газовая хроматография, диметилтерефталат

gost.e-ecolog.ru