Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Хромато-масс-спектрометрическое определение в атмосферном воздухе летучих компонентов пищевых ароматизаторов в процессе их производства

Методические указания
МУК 4.1.3141—13

Издание официальное

Москва • 2014

gost.e-ecolog.ru

Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Хромато-масс-спектрометрическое определение в атмосферном воздухе летучих компонентов пищевых ароматизаторов в процессе их производства

Методические указания
МУК 4.1.3141—13

ББК 51.21
Х94

Х94 **Хромато**-масс-спектрометрическое определение в атмосферном воздухе летучих компонентов пищевых ароматизаторов в процессе их производства: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2014.—30 с.

ISBN 978—5—7508—1261—5

1. Разработаны ФГБУ «Научно-исследовательский институт экологии человека и гигиены окружающей среды им. А. Н. Сысина» Минздрава России (А. Г. Малышева, Е. Г. Растянников, Н. Ю. Козлова, О. В. Бударина).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 29.10.2013 № 3).

3. Утверждены врио руководителя Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главного государственного санитарного врача Российской Федерации А. Ю. Поповой 26 ноября 2013 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.21

ISBN 978—5—7508—1261—5

© Роспотребнадзор, 2014
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2014

УТВЕРЖДАЮ
Врио руководителя Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главного государственного санитарного
врача Российской Федерации
А. Ю. Попова
26 ноября 2013 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Хромато-масс-спектрометрическое определение в атмосферном воздухе летучих компонентов пищевых ароматизаторов в процессе их производства

Методические указания МУК 4.1.3141—13

Свидетельство о метрологической аттестации № 389/242-(01.00250-2008)—2013.

1. Назначение и область применения

1.1. Настоящие методические указания устанавливают порядок применения хромато-масс-спектрометрического метода определения в атмосферном воздухе суммарного содержания α-пинена, лимонена, ментола, пропиленгликоля, линалоола, бензальдегида, ванилина, ментона, этилбутирата, изоамилацетата, триацетата глицерина в диапазоне концентраций от 0,01 до 2,0 мг/м^3 (при температуре 0 °С и атмосферном давлении 101,3 кПа). Методические указания позволяют также одновременно определять каждое из указанных выше соединений (при их совместном присутствии) при их содержании от 0,002 до 1,0 мг/м^3.

1.2. Методические указания по определению массовой концентрации летучих компонентов ароматизаторов в процессе производства пищевых ароматизаторов хромато-масс-спектрометрическим методом в атмосферном воздухе предназначены для лабораторий центров гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, а также могут быть использованы санитарными лабораториями промышленных предприятий, научно-исследовательских институтов, работающих в области гигиены окружающей среды, и другими заинтересованными организациями.

1.3. Методические указания разработаны с целью обеспечения аналитического контроля загрязнения атмосферного воздуха в районе расположения производства пищевых ароматизаторов, а также воздушной среды производственных, жилых и общественных помещений, находящихся вблизи расположения предприятий по производству пищевых ароматизаторов.

1.4. Методические указания носят рекомендательный характер.

2. Физико-химические и токсикологические свойства, гигиенические нормативы

Физико-химические свойства летучих компонентов ароматизаторов представлены в табл. 1.

α-Пинен (2,6,6-триметилбицикло[3,1,1]гепт-2-ен) – бесцветная жидкость с запахом сосновой хвои, хорошо растворим в неполярных органических растворителях (в частности, углеводородах, пентане, толуоле и т. п.), нерастворим в воде. Окисляется на воздухе, превращаясь в вязкое жёлтое масло.

Лимонен (1-метил-4-изопропенилциклогексен-1) – бесцветная летучая жидкость, обладает выраженным цитрусовым запахом, хорошо растворим в неполярных органических растворителях (в частности, углеводородах, пентане, толуоле и т. п.), нерастворим в пропиленгликоле, глицерине, воде. На воздухе сравнительно устойчив.

Ментол (2-(2-пропил)-5-метил-1-циклогексанол) – прозрачное кристаллическое вещество, при комнатной температуре легко плавится. Обладает слабыми местноанестизирующими свойствами, стимулирует холодовые рецепторы кожи и слизистых, слабый антисептик. Раздражающее горючее вещество.

1,2-Пропиленгликоль – прозрачная вязкая жидкость. Добавка Е 1520 (пропиленгликоль) разрешена для использования в пищевых продуктах в большинстве стран мира.

Линалоол (3,7-диметил-1,6-октадиен-3-ол) – спирт, относящийся к терпеноидам. Бесцветная жидкость с запахом ландыша. Обладает успокаивающим действием на нервную и сердечно-сосудистую системы. Окислившийся при контакте с воздухом может вызывать аллергию и экзему.

Бензальдегид – простейший альдегид ароматического ряда, бесцветная жидкость с характерным запахом горького миндаля, желтеющая при хранении и окисляющаяся кислородом воздуха. Раздражает глаза и верхние дыхательные пути. Смертельная доза для человека 50—60 г.

Ванилин – (4-окси,3-метоксибензальдегид) – белые или светло-жёлтые иглы с приятным ароматом и вкусом ванили.

Таблица 1

Физико-химические свойства органических веществ, входящих в состав ароматизаторов, и их гигиенические нормативы

Вещество	CAS	Формула	Мол. масса	$T_{пл.}$, °C	$T_{кип.}$, °C	Плотность, г/см^3	Растворимость, г/100 см^3			Харак. ионы, m/z	ПДК, мг/м^3		Класс опасности
							вода	этанол	эфир		м.р.	с.с.	
Терпеновые углеводороды													
α-Пинен	7785-26-4	$C_{10}H_{16}$	136	–75,5	156	0,86	н.р.	р.	р.	93, 92, 224, 210	н/у	н/у	н/у
Лимонен	138-86-3	$C_{10}H_{16}$	136,23	–74,35	175—176	0,84	н.р.	р.	р.	68, 93, 121, 136	н/у	н/у	н/у
Кислородсодержащие соединения, в том числе													
спирты													
Ментол	89-78-1	$C_{10}H_{20}O_3$	156,27	36-38	212	$0,890^{15/15}$	н.р.	р.	р.	95,113, 138, 156	н/у	н/у	н/у
Пропилен-гликоль	57-55-1	$C_3H_8O_2$	76,09	–	188—189	1,040	∞	∞	р.	45, 43, 29,27	ОБУВ = 0,03		н/у
Линалоол	78-70-6	$C_{10}H_{18}O$	154,24	–	197—199	0,87	н.р.	р.	р.	71, 93, 121, 136	ОБУВ = 0,01		н/у
альдегиды													
Бензальдегид	100-52-7	C_7H_6O	106,12	–26	178,1	1,0415	0,3	р.	р.	77, 106, 105,51	0,04	–	3
Ванилин	121-33-5	$C_8H_8O_3$	152	80-81	285	1,056	1*	л.р.	л.р.	151,152, 81, 109	ОБУВ = 0,03		н/у
кетоны													
Ментон	10458-14-7	$C_{10}H_{18}O$	154,24	–6,6	207—210	$0,895^{20/4}$	т.р.	∞	∞	55, 112, 41, 55	н/у	н/у	н/у
сложные эфиры													
Этилбутират	105-54-4	$C_6H_{12}O_2$	116,16	93,3	119—121	0,879	0,68	р.	р.	71, 43, 29, 88	ОБУВ = 0,05		н/у
Изоамил-ацетат	123-92-2	$C_7H_{14}O_2$	130,19	–78,5	138—140	0,87	1,6	∞	∞	43, 70, 55, 71	ОБУВ = 0,05		н/у
Триацетат глицерина	102-76-1	$C_9H_{14}O_6$	218,21	–78	259	1,16	71,7	∞	р.	43,103, 116, 145	н/у	н/у	н/у

Сокращения: CAS – численный идентификатор химических соединений, полимеров и др., характеристические ионы, m/z – наиболее интенсивные спектры для органического вещества, масс/заряд; $ПДК_{м.р.}$ – предельно допустимая концентрация максимально разовая; $ПДК_{с.с.}$ – предельно допустимая концентрация среднесуточная; ОБУВ – ориентировочные безопасные уровни воздействия.

* 1 г при 14 °С, 5 г при 80 °С

Ментон – два изомерных вещества, относящихся к терпеноидам. Бесцветная вязкая жидкость с запахом мяты.

Этилбутират, изоамилацетат – сложные эфиры, входящие в состав пищевых ароматизаторов – бесцветные жидкости с приятным фруктовым запахом. В отсутствии влаги по химическим свойствам относительно термически устойчивы. В присутствии кислот и щелочей легко гидролизуются до соответствующих кислот и спиртов. Обладают наркотическими свойствами. Гидролизуются в организме, поэтому характер их действия зависит от образующихся из них кислот и спиртов.

Триацетат глицерина – бесцветная маслянистая жидкость, благодаря своим свойствам способен поддерживать свежесть продуктов.

Максимально разовая предельно допустимая концентрация $ПДК_{м.р}$ в атмосферном воздухе летучих компонентов ароматизаторов при производстве пищевых ароматизаторов составляет 0,40 мг/м^3.

3. Метрологические характеристики

При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в соответствии с данной методикой показатели точности измерений не превышают значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Летучие компоненты пищевых ароматизаторов	Диапазон измерений массовой концентрации компонентов, мг/м^3	Относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости, σ_r[1], %	Относительная расширенная неопределенность измерений[2], %, при $k = 2$
суммарно	0,010—2,00	9	U^0=22
раздельно (α-пинен, лимонен, ментол, 1,2-пропиленгликоль, линалоол, бензальдегид, ванилин, ментон, триацетат глицерина, этилбутират, изоамилацетат)	от 0,002 до 0,010 св. 0,010 до 1,0	14 10	$U_k^0 = 30$ $U_k^0 = 24$

Примечания:

1) Установлено на основе измерений, проведенных в условиях модельного эксперимента загрязнения воздушной среды пищевыми ароматизаторами (ваниль, малина, коньячный, персик, барбарис, мята, апельсин, абрикос, лимон, ирисливочный, груша, лимонад, молоко топлёное, сливочное масло, ваниль сливочная, миндаль, квас, яблоко, клюква, молоко сгущенное, клубника, чёрная смородина) на уровне концентрации 0,34 мг/м^3.

2) Соответствует границам относительной суммарной погрешности измерений ($\pm\delta$, %) при доверительной вероятности $P = 0,95$

4. Метод измерения

Измерение массовой концентрации летучих компонентов ароматизаторов основано на улавливании их из атмосферного воздуха и концентрировании на твёрдом сорбенте, экстракции диметилхлоридом, упаривании до органического масла, реэкстракции этанолом, газохроматографическом разделении на капиллярной колонке, идентификации по масс-спектрам и временам выхода, количественному определению индивидуальных веществ с использованием градуировочных характеристик и суммированию концентраций идентифицированных веществ для последующей гигиенической оценки загрязнения атмосферного воздуха в соответствии с $ПДК_{м.р.}$.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

5.1. Средства измерений

Хромато-масс-спектрометрическая система, включающая ниже перечисленные блоки, модули и программы:
– масс-спектрометрический детектор с квадрупольным масс-анализатором;
– хроматограф с полным электронным контролем газовых потоков и режимом цифрового контроля давления и потоков с автоматическим определением параметров колонки и поиском утечек по каналу газа-носителя;
– программное обеспечение, контролирующее работу всего прибора, обеспечивающее сбор и хранение всех масс-спектров в процессе проведения хромато-масс-спектрометрического анализа, обеспечивающее обработку результатов измерений, вывод и расчёт хроматограмм, вывод и вычитание фона масс-спектров, количественный анализ, поиск и сравнение с библиотеками масс-спектров;
– библиотека масс-спектров.

Основные технические характеристики

Диапазон массовых чисел	1—1 050
Скорости сканирования	10 000
Чувствительность в режиме сканирования шкалы масс и ионизации электронным ударом: при инжекции в колонку 1 г октафторнафталина (ОФН) высоковакуумным насосом (250 дм^3/с), отношение сигнал/шум не менее 272	100 : 1
Стабильность шкалы масс (отклонение от начального значения после 12 ч непрерывной работы), не более	0,1
Предел допускаемого относительного СКО выходного сигнала, %, не более – по времени удерживания – по площади пиков	 2,0 5,0
Напряжение питания переменного тока, В	220
Потребляемая мощность, ВА	1800
Условия эксплуатации: диапазон температур окружающего воздуха, °С диапазон относительной влажности окружающего воздуха, % при температуре 25 °С; диапазон атмосферного давления, кПа	15—35 20—80 84—106,7

Колонка хроматографическая капиллярная из кварцевого стекла с внутренним диаметром 0,32 мм, длиной 60 м с неполярной неподвижной фазой 35 % и толщиной плёнки 1 мкм или аналогичная

Весы лабораторные равноплечные высокого класса точности, цена деления шкалы 1 мг, погрешность взвешивания по шкале ± 0,15 мг — ГОСТ Р 63228

Гири (1 мг – 100 г) — ГОСТ 7328

Микрошприц вместимостью 10 мм^3 со шкалой деления 0,1 мм^3; с погрешностью измерения вытесняемого объёма ± 1 %

Пипетки мерные градуированные 2-2-2-1, 2-2-2-5, 2-2-2-2, 2-2-2-10 — ГОСТ 29227

Колбы мерные с пробкой 2-25-2, 2-100-2, 2-1000-2 — ГОСТ 1770

Цилиндр мерный с носиком 3-250-2 — ГОСТ 1770

Барометр-анероид, диапазон измерения 610—790 мм рт. ст, предел допускаемой погрешности ± 0,8 мм рт. ст — ГОСТ 6359

Термометр лабораторный шкальный, диапазон измерения 0—55 °С, цена деления 1 °С — ГОСТ 29224

Секундомер механический с ценой деления 0,1 с
и допустимой погрешностью за 30 мин ± 1,6 с

Примечание. Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

5.2. Вспомогательные устройства, материалы

Электроаспиратор	
Шкаф сушильный электрический с диапазоном рабочих температур от 40 до 200 °С	
Дистиллятор	ГОСТ 22340
Эксикатор	ГОСТ 25336
Баня водяная с пределом регулирования температуры от 30 до 100 °С, поддержка температуры с точностью 0,5 °С	
Колба плоскодонная термостойкая 250 $см^3$	ГОСТ 23932
Микрососуд с узким коническим дном (виала) вместимостью 3 $см^3$	
Трубки сорбционные из молибденового стекла длиной 100 мм, внутренним диаметром 4 мм	
Гелий газообразный марки 60 в баллоне	
Стекловолокно или стекловата	ГОСТ 19170
Заглушки из тефлона для сорбционных трубок	
Мешочки для активированного угля марлевые	
Уголь активированный любой марки	ГОСТ 6217
Силикагель крупный крупнопористый гранулированный с размером зёрен 2,8—7,0 мм и насыпной плотностью не менее 400 $г/дм^3$	ГОСТ 3956
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709
Силохром зернением 0,2—0,355 мм	
Силиконовый шланг	

Примечание. Допускается использование других вспомогательных устройств аналогичного назначения, технические характеристики которых не уступают указанным, а также материалов, обеспечивающих нормативы точности при проведении измерений.

5.3. Реактивы

Этанол абсолютный, хч	ТУ 6-09-1710
Серная кислота, чда, концентрация не менее 93,6—95,6 %	ГОСТ 4204
Калий двухромовокислый, хч	ГОСТ 4220

Метилен хлористый, хч	ТУ 6-09-2662-77
Лимонен, не менее 96 %	Merk Index 13,5371;(5989-54-8)
Ментол, не менее 99 %	Merk Index 13,5861;(89-78-1)
1,2-Пропиленгликоль, не менее 99,7 %	ТУ 2634-146-44493179-11
Линалоол, ч, не менее 97 %	Merk Index 13,5517;(78-70-6)
Ванилин, не менее 99 %	ГОСТ 16599
Ментон, не менее 90 %	Merk Index 13,5862;(14073-97-3)
Этилбутират, не менее 99 %	ТУ 6-09-18-29—77
Изоамилацетат, не менее 99 %	ТУ 6-09-1240—76
Триацетат глицерина, не менее 99 %	ТУ 6-09-4960—81
α-Пинен, не менее 99 %	Merk Index 13,7414;(7785-26-4)
Бензальдегид, не менее 98,5 %	ГОСТ 157

Примечание. Допускается использование реактивов с более высокой квалификацией.

6. Требования безопасности и охраны окружающей среды

При выполнении измерений массовой концентрации летучих компонентов ароматизаторов соблюдают следующие требования:

6.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005, 12.1.007, 12.1004, 31340. Контроль за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны проводят в соответствии с ГОСТ 12.1.005 и 31340.

6.2. При работе с хромато-масс-спектрометром следует соблюдать требования электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019 и инструкцию по эксплуатации прибора.

6.3. При работе с сосудами, работающими под давлением, соблюдают правила их устройства и безопасной эксплуатации в соответствии с ПБ 03-576 .

6.4. Требования взрывобезопасности соблюдают в соответствии с ГОСТ 12.1.010.

6.5. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

7. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются специалисты, имеющие химическое образование, опыт работы в химической лаборатории, прошедшие обучение и владеющие техникой проведения хромато-масс-спектрометрического анализа.

8. Условия измерений

При приготовлении градуировочных растворов и подготовке проб к анализу соблюдают следующие условия:

– температура окружающего воздуха (22 ± 2) °С;
– атмосферное давление от 84 до 106 кПа;
– относительная влажность воздуха от 30 до 80 %.

Выполнение измерений на хромато-масс-спектрометре проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

9. Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

подготовка стеклянной посуды,
подготовка стекловаты или стекловолокна,
подготовка сорбента,
подготовка сорбционных трубок,
подготовка хроматографической системы,
приготовление градуировочных растворов,
установление градуировочной характеристики,
отбор проб.

9.1. Подготовка стеклянной посуды

Стеклянную посуду тщательно моют хромовой смесью, промывают дистиллированной водой и высушивают в сушильном шкафу при температуре 105 °С. Мерную посуду сушат суховоздушным способом.

9.2. Подготовка стекловолокна или стекловаты

Приготовление раствора серной кислоты (1 : 1). Мерным цилиндром отмеряют 50 см^3 дистиллированной воды, вышивают дистиллированную воду в плоскодонную колбу вместимостью 250 см^3. Мерным цилиндром отмеряют 50 см^3 концентрированной серной кислоты и осторожно приливают кислоту в ту же плоскодонную колбу.

Стекловолокно или стекловату промывают разбавленной (1 : 1) серной кислотой, дистиллированной водой и высушивают в сушильном шкафу при температуре 105 °С.

9.3. Подготовка сорбента

Сорбент силохром промывают тремя порциями этанола и прогревают в сушильном шкафу при 200 °С в течение 4 ч. После охлаждения готовый сорбент помещают в склянку с хорошо притёртой стеклянной пробкой и хранят в промытом и тщательно высушенном эксикаторе, на

дно которого насыпан слой сухого силикагеля, а по бокам расположены марлевые мешочки с активированным углем.

9.4. Подготовка сорбционных трубок

Сорбционные трубки готовят непосредственно перед отбором проб или установлением градуировочных характеристик. В трубку помещают 0,1 г силохрома, закрепляют стекловолокном и закрывают тефлоновыми заглушками или силиконовым шлангом со стеклянными пробками.

9.5. Подготовка хроматографической системы

Подготовку хроматографа к работе проводят в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

9.5.1. Кондиционирование кварцевой капиллярной колонки. Новую кварцевую капиллярную колонку предварительно кондиционируют, нагревая в термостате хроматографа ступенчато с 70 до 250 °С в течение 2 ч и выдерживают при 250 °С в течение суток. После охлаждения термостата до комнатной температуры выход колонки подсоединяют к устройству сопряжения с масс-спектрометром и проверяют стабильность нулевой линии при рабочей температуре термостата колонок.

9.5.2. Устанавливают режим работы хромато-масс-спектрометра в соответствии со следующими условиями:

	70 °С – 3 мин
температура термостата колонки:	10 °С/мин до 270 °С
	270 °С – 3 мин
температура испарителя	200 °С
температура переходной линии	200 °С
режим без деления потока	1 мин
скорость газа-носителя – гелия	15 $см^3$/мин
сплит	10
скорость газа-носителя – гелия через колонку	1,5 $см^3$/мин
температура ионного источника	200 °С
ток детектора	300000
режим сканирования	полный ионный ток MR 41-250
время до начала сканирования	7 мин
время анализа	27 мин

Записывают нулевую линию при установленных режимных параметрах. При отсутствии флуктуации приступают к работе.

9.6. Приготовление исходных и рабочих растворов

Исходный раствор α-пинена в этаноле готовят из α-пинена объемно-массовым методом.

Исходный раствор α-пинена (массовая концентрация 17,2 г/дм^3). Пипеткой вместимостью 1 см^3 отбирают 0,5 см^3 α-пинена, вносят в предварительно взвешенную мерную колбу вместимостью 25 см^3, взвешивают, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Точно рассчитывают концентрацию вещества. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор α-пинена № 1 (массовая концентрация 1 720 мг/дм^3 = 1,720 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 10 см^3 отбирают 10 см^3 исходного раствора α-пинена, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор α-пинена № 2 (массовая концентрация 172 мг/дм^3 = 0,172 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 10 см^3 отбирают 10 см^3 рабочего раствора α-пинена № 1, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор α-пинена № 3 (массовая концентрация 6,88 мг/дм^3 = 0,00688 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 5 см^3 отбирают 4 см^3 рабочего раствора α-пинена № 2, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Исходный раствор лимонена в этаноле готовят из лимонена объемно-массовым методом.

Исходный раствор лимонена (массовая концентрация 16,8 г/дм^3). Пипеткой вместимостью 1 см^3 отбирают 0,5 см^3 лимонена, вносят в предварительно взвешенную мерную колбу вместимостью 25 см^3, взвешивают, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Точно рассчитывают концентрацию вещества. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор лимонена № 1 (массовая концентрация 1 680 мг/дм^3 = 1,680 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 10 см^3 отбирают 10 см^3 исходного раствора лимонена, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор лимонена № 2 (массовая концентрация 168 мг/дм^3 = 0,168 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 10 см^3 отбирают 10 см^3 рабочего раствора лимонена № 1, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор лимонена № 3 (массовая концентрация 6,72 мг/дм^3 = 0,00672 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 5 см^3 отбирают 4 см^3 рабочего раствора лимонена № 2, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Исходный раствор ментола в этаноле готовят из ментола объемно-массовым методом.

Исходный раствор ментола (массовая концентрация 16 г/дм^3). В предварительно взвешенную мерную колбу ёмкостью 25 см^3 вносят шпателем примерно 0,4 г ментола, колбу взвешивают, приливают этанол до метки, устанавливают точное значение навески ментола. Рассчитывают концентрацию вещества. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор ментола № 1 (массовая концентрация 1 600 мг/дм^3 = 1,6 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 10 см^3 отбирают 10 см^3 исходного раствора ментола, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор ментола № 2 (массовая концентрация 160 мг/дм^3 = 0,16 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 10 см^3 отбирают 10 см^3 рабочего раствора ментола № 1, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор ментола № 3 (массовая концентрация 6,4 мг/дм^3 = 0,0064 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 5 см^3 отбирают 4 см^3 рабочего раствора ментола № 2, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Исходный раствор пропиленгликоля в этаноле готовят из пропиленгликоля объемно-массовым методом.

Исходный раствор пропиленгликоля (массовая концентрация 20,8 г/дм^3). Пипеткой вместимостью 1 см^3 отбирают 0,5 см^3 пропиленгликоля, вносят в предварительно взвешенную мерную колбу вместимостью 25 см^3, взвешивают, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Точно рассчитывают концентрацию вещества. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор пропиленгликоля № 1 (массовая концентрация 2 080 мг/дм^3 = 2,08 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 10 см^3 отбирают 10 см^3 исходного раствора пропиленгликоля, вносят в мерную колбу

вместимостью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор пропиленгликоля № 2 (массовая концентрация 208 мг/дм^3 = 0,208 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 10 см^3 отбирают 10 см^3 рабочего раствора пропиленгликоля № 1, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор пропиленгликоля № 3 (массовая концентрация 8,32 мг/дм^3 = 0,00832 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 5 см^3 отбирают 4 см^3 рабочего раствора пропиленгликоля № 2, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Исходный раствор линалоола в этаноле готовят из линалоола объемно-массовым методом.

Исходный раствор линалоола (массовая концентрация 16,9 г/дм^3). Пипеткой вместимостью 1 см^3 отбирают 0,5 см^3 линалоола, вносят в предварительно взвешенную мерную колбу вместимостью 25 см^3, взвешивают, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Точно рассчитывают концентрацию вещества. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор линалоола № 1 (массовая концентрация 1690 мг/дм^3 = 1,69 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 10 см^3 отбирают 10 см^3 исходного раствора линалоола, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор линалоола № 2 (массовая концентрация 169 мг/дм^3 = 0,169 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 10 см^3 отбирают 10 см^3 рабочего раствора линалоола № 1, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор линалоола № 3 (массовая концентрация 6,76 мг/дм^3 = 0,00676 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 5 см^3 отбирают 4 см^3 рабочего раствора линалоола № 2, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Исходный раствор ванилина в этаноле готовят из ванилина объемно-массовым методом

Исходный раствор ванилина (массовая концентрация 16 г/дм^3). В предварительно взвешенную мерную колбу ёмкостью 25 см^3 вносят шпателем примерно 0,4 г ванилина, колбу взвешивают, приливают эта-

нол до метки, устанавливают точное значение навески ванилина. Рассчитывают концентрацию вещества. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор ванилина № 1 (массовая концентрация 1600 мг/дм^3 = 1,6 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 10 см^3 отбирают 10 см^3 исходного раствора ванилина, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор ванилина № 2 (массовая концентрация 160 мг/дм^3 = 0,16 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 10 см^3 отбирают 10 см^3 рабочего раствора ванилина № 1, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор ванилина № 3 (массовая концентрация 6,4 мг/дм^3 = 0,0064 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 5 см^3 отбирают 4 см^3 рабочего раствора ванилина № 2, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Исходный раствор ментона в этаноле готовят из ментона объемно-массовым методом.

Исходный раствор ментона (массовая концентрация 16,1 г/дм^3). Пипеткой вместимостью 1 см^3 отбирают 0,5 см^3 ментона, вносят в предварительно взвешенную мерную колбу вместимостью 25 см^3, взвешивают, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Точно рассчитывают концентрацию вещества (с учетом массовой доли основного вещества в исходном реактиве). Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор ментона № 1 (массовая концентрация 1610 мг/дм^3 = 1,61 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 10 см^3 отбирают 10 см^3 исходного раствора ментона, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор ментона № 2 (массовая концентрация 161 мг/дм^3 = 0,161 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 10 см^3 отбирают 10 см^3 рабочего раствора ментона № 1, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор ментона № 3 (массовая концентрация 6,44 мг/дм^3 = 0,00644 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 5 см^3 отбирают 4 см^3 рабочего раствора ментона № 2, вносят в мерную колбу вместимо-

стью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Исходный раствор этилбутирата (изоамилацетата) в этаноле готовят из этилбутирата (изоамилацетата) объемно-массовым методом.

Исходный раствор этилбутирата (изоамилацетата) (массовая концентрация 17,4 г/дм^3). Пипеткой вместимостью 1 см^3 отбирают 0,5 см^3 этилбутирата (изоамилацетата), вносят в предварительно взвешенную мерную колбу вместимостью 25 см^3, взвешивают, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Точно рассчитывают концентрацию вещества. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор этилбутирата (изоамилацетата) № 1 (массовая концентрация 1 740 мг/дм^3 = 1,74 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 10 см^3 отбирают 10 см^3 исходного раствора этилбутирата (изоамилацетата), вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор этилбутирата (изоамилацетата) № 2 (массовая концентрация 174 мг/дм^3 = 0,174 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 10 см^3 отбирают 10 см^3 рабочего раствора этилбутирата (изоамилацетата) № 1, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор этилбутирата (изоамилацетата) № 3 (массовая концентрация 6,96 мг/дм^3 = 0,00696 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 5 см^3 отбирают 4 см^3 рабочего раствора этилбутирата (изоамилацетата) № 2, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Исходный раствор триацетата глицерина в этаноле готовят из триацетата глицерина объемно-массовым методом.

Исходный раствор триацетата глицерина (массовая концентрация 23,0 г/дм^3). Пипеткой вместимостью 1 см^3 отбирают 0,5 см^3 триацетата глицерина, вносят в предварительно взвешенную мерную колбу вместимостью 25 см^3, взвешивают, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Точно рассчитывают концентрацию вещества. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор триацетата глицерина № 1 (массовая концентрация 2 300 мг/дм^3 = 2,30 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 10 см^3 отбирают 10 см^3 исходного раствора триацетата глицерина, вносят в

мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор триацетата глицерина № 2 (массовая концентрация 230 мг/дм^3 = 0,230 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 10 см^3 отбирают 10 см^3 рабочего раствора триацетата глицерина № 1, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор триацетата глицерина № 3 (массовая концентрация 9,2 мг/дм^3 = 0,0092 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 5 см^3 отбирают 4 см^3 рабочего раствора триацетата глицерина № 2, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Исходный раствор бензальдегида в этаноле готовят из бензальдегида объемно-массовым методом.

Исходный раствор бензальдегида (массовая концентрация 20,8 г/дм^3). Пипеткой вместимостью 1 см^3 отбирают 0,5 см^3 бензальдегида, вносят в предварительно взвешенную мерную колбу вместимостью 25 см^3, взвешивают, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Точно рассчитывают концентрацию вещества. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор бензальдегида № 1 (массовая концентрация 2 080 мг/дм^3 = 2,08 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 10 см^3 отбирают 10 см^3 исходного раствора бензальдегида, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор бензальдегида № 2 (массовая концентрация 208 мг/дм^3 = 0,208 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 10 см^3 отбирают 10 см^3 рабочего раствора бензальдегида № 1, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

Рабочий раствор бензальдегида № 3 (массовая концентрация 8,32 мг/дм^3 = 0,00832 мкг/мм^3). Пипеткой вместимостью 5 см^3 отбирают 4 см^3 рабочего раствора бензальдегида № 2, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, приливают этанол до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора 14 дней в холодильнике.

9.7. Установление градуировочных характеристик

Градуировочные характеристики устанавливают на рабочих растворах № 1, 2 и 3 соответствующих летучих компонентов ароматизаторов. Каждая из 11 градуировочных характеристик выражает зависимость

площади пика индивидуального характеристического иона соответствующего компонента (далее – площади пика компонента) от его количества (в мкг) и строится по 7 сериям растворов. Для каждого раствора получают три значения площади пика компонента.

Таблица 3

Объёмы рабочих растворов для установления градуировочной характеристики

Номер серии	1	2	3	4	5	6	7
α-Пинен							
Объём рабочего раствора № 1 (концентрация 1,72 мкг/мм^3), мм^3	–	–	–	–	–	3	7
Объём рабочего раствора №2 (концентрация 0,172 мкг/мм^3), мм^3	–	–	–	4	10	–	–
Объём рабочего раствора №3 (концентрация 0,00688 мкг/мм^3), мм^3	–	4	20	–	–	–	–
Масса компонента, внесённая в сорбционную трубку, мкг	–	0,0275	0,138	0,688	1,72	5,16	12,04
Масса компонента в 2 мм^3 реэкстракта, мкг	–	0,0055	0,0275	0,138	0,344	1,03	2,41
Соответствует ориентировочному значению массовой концентрации компонента в атмосферном воздухе при отборе пробы объёмом 12 дм^3, мг/м^3	–	0,0023	0,0115	0,0573	0,143	0,430	1
Лимонен							
Объём рабочего раствора № 1 (концентрация 1,6 мкг/мм^3), мм^3	–	–	–	–	–	3	8
Объём рабочего раствора № 2 (концентрация 0,16 мкг/мм^3), мм^3	–	–	–	4	10	–	–
Объём рабочего раствора № 3 (концентрация 0,0064 мкг/мм^3), мм^3	–	4	20	–	–	–	–
Масса компонента, внесённая в сорбционную трубку, мкг	–	0,0258	0,129	0,644	1,61	4,83	12,9
Масса компонента в 2 мм^3 реэкстракта, мкг	–	0,0052	0,0258	0,129	0,322	1,61	2,58

Продолжение табл. 3

Номер серии	1	2	3	4	5	6	7
Соответствует ориентировочному значению массовой концентрации компонента в атмосферном воздухе при отборе пробы объёмом 12 дм^3, мг/м^3	–	0,00215	0,0108	0,0537	0,134	0,403	1,08
Ментол							
Объём рабочего раствора № 1 (концентрация 1,6 мкг/мм^3), мм^3	–	–	–	–	–	3	8
Объём рабочего раствора № 2 (концентрация 0,16 мкг/мм^3), мм^3	–	–	–	4	10	–	–
Объём рабочего раствора № 3 (концентрация 0,0064 мкг/мм^3), мм^3	–	4	20	–	–	–	–
Масса компонента, внесённая в сорбционную трубку, мкг	–	0,0256	0,128	0,64	1,6	4,8	12,8
Масса компонента в 2 мм^3 реэкстракта, мкг	–	0,00512	0,0256	0,128	0,32	0,96	2,56
Соответствует ориентировочному значению массовой концентрации компонента в атмосферном воздухе при отборе пробы объёмом 12 дм^3, мг/м^3	–	0,00213	0,0107	0,0533	0,133	0,4	1,07
Пропиленгликоль							
Объём рабочего раствора № 1 (концентрация 2,08 мкг/мм^3), мм^3	–	–	–	–	–	2	6
Объём рабочего раствора № 2 (концентрация 0,208 мкг/мм^3), мм^3	–	–	–	3	7	–	–
Объём рабочего раствора № 3 (концентрация 0,00832 мкг/мм^3), мм^3	–	3	16	–	–	–	–
Масса компонента, внесённая в сорбционную трубку, мкг	–	0,0250	0,133	0,624	1,46	4,16	12,48
Масса компонента в 2 мм^3 реэкстракта, мкг	–	0,00499	0,0266	0,125	0,292	0,832	2,50
Соответствует ориентировочному значению массовой концентрации компонента в атмосферном воздухе при отборе пробы объёмом 12 дм^3, мг/м^3	–	0,00208	0,0111	0,0520	0,122	0,347	1,040

Продолжение табл. 3

Номер серии	1	2	3	4	5	6	7
Линалоол							
Объём рабочего раствора № 1 (концентрация 1,69 мкг/мм^3), мм^3	–	–	–	–	–	3	7
Объём рабочего раствора № 2 (концентрация 0,169 мкг/мм^3), мм^3	–	–	–	4	10	–	–
Объём рабочего раствора № 3 (концентрация 0,00676 мкг/мм^3), мм^3	–	4	20	–	–	–	–
Масса компонента, внесённая в сорбционную трубку, мкг	–	0,0270	0,135	0,676	1,69	5,07	11,8
Масса компонента в 2 мм^3 реэкстракта, мкг	–	0,0054	0,0270	0,135	0,338	1,014	2,37
Соответствует ориентировочному значению массовой концентрации компонента в атмосферном воздухе при отборе пробы объёмом 12 дм^3, мг/м^3	–	0,00225	0,0113	0,0563	0,141	0,423	0,983
Ванилин							
Объём рабочего раствора № 1 (концентрация 1,6 мкг/мм^3), мм^3	–	–	–	–	–	3	8
Объём рабочего раствора № 2 (концентрация 0,16 мкг/мм^3), мм^3	–	–	–	4	10	–	–
Объём рабочего раствора № 3 (концентрация 0,0064 мкг/мм^3), мм^3	–	4	20	–	–	–	–
Масса компонента, внесённая в сорбционную трубку, мкг	–	0,0256	0,128	0,64	1,6	4,8	12,8
Масса компонента в 2 мм^3 реэкстракта, мкг	–	0,00512	0,0256	0,128	0,32	0,96	2,56
Соответствует ориентировочному значению массовой концентрации компонента в атмосферном воздухе при отборе пробы объёмом 12 дм^3, мг/м^3	–	0,00213	0,0107	0,0533	0,133	0,4	1,07
Ментон							
Объём рабочего раствора № 1 (концентрация 1,61 мкг/мм^3), мм^3	–	–	–	–	–	3	8

Продолжение табл. 3

Номер серии	1	2	3	4	5	6	7
Объём рабочего раствора № 2 (концентрация 0,161 мкг/мм^3), мм^3	–	–	–	4	10	–	–
Объём рабочего раствора № 3 (концентрация 0,00644 мкг/мм^3), мм^3	–	4	20	–	–	–	–
Масса компонента, внесённая в сорбционную трубку, мкг	–	0,0258	0,129	0,644	1,61	4,83	12,9
Масса компонента в 2 мм^3 реэкстракта, мкг	–	0,00515	0,0258	0,129	0,322	0,966	2,58
Соответствует ориентировочному значению массовой концентрации компонента в атмосферном воздухе при отборе пробы объёмом 12 дм^3, мг/м^3	–	0,00215	0,0108	0,0537	0,134	0,403	1,08
Этилбутират (изоамилацетат)							
Объём рабочего раствора № 1 (концентрация 1,74 мкг/мм^3), мм^3	–	–	–	–	–	3	7
Объём рабочего раствора № 2 (концентрация 0,174 мкг/мм^3), мм^3	–	–	–	4	10	–	–
Объём рабочего раствора № 3 (концентрация 0,00696 мкг/мм^3), мм^3	–	4	20	–	–	–	–
Масса компонента, внесённая в сорбционную трубку, мкг	–	0,0278	0,139	0,696	1,74	5,22	12,2
Масса компонента в 2 мм^3 реэкстракта, мкг	–	0,00557	0,0278	0,139	0,348	1,04	2,44
Соответствует ориентировочному значению массовой концентрации компонента в атмосферном воздухе при отборе пробы объёмом 12 дм^3, мг/м^3	–	0,00232	0,0116	0,058	0,145	0,435	1,02
Триацетат глицерина							
Объём рабочего раствора № 1 (концентрация 2,30 мкг/мм^3), мм^3	–	–	–	–	–	2	6
Объём рабочего раствора № 2 (концентрация 0,230 мкг/мм^3), мм^3	–	–	–	3	7	–	–

Продолжение табл. 3

Номер серии	1	2	3	4	5	6	7
Объём рабочего раствора № 3 (концентрация 0,0092 мкг/мм^3), мм^3	–	3	20	–	–	–	–
Масса компонента, внесённая в сорбционную трубку, мкг	–	0,0275	0,184	0,69	1,61	4,6	13,8
Масса компонента в 2 мм^3 реэкстракта, мкг	–	0,00552	0,0368	0,138	0,322	0,92	1,76
Соответствует ориентировочному значению массовой концентрации компонента в атмосферном воздухе при отборе пробы объёмом 12 дм^3, мг/м^3	–	0,00229	0,0153	0,0575	0,134	0,383	1,15
Бензальдегид							
Объём рабочего раствора № 1 (концентрация 2,08 мкг/мм^3), мм^3	–	–	–	–	–	2	6
Объём рабочего раствора № 2 (концентрация 0,208 мкг/мм^3), мм^3	–	–	–	3	7	–	–
Объём рабочего раствора № 3 (концентрация 0,00832 мкг/мм^3), мм^3	–	3	16	–	–	–	–
Масса компонента, внесённая в сорбционную трубку, мкг	–	0,0250	0,133	0,624	1,46	4,16	12,48
Масса компонента в 2 мм^3 реэкстракта, мкг	–	0,00499	0,0266	0,125	0,292	0,832	2,50
Соответствует ориентировочному значению массовой концентрации компонента в атмосферном воздухе при отборе пробы объёмом 12 дм^3, мг/м^3	–	0,00208	0,0111	0,0520	0,122	0,347	1,040
Примечание. Даны приблизительные значения концентраций компонентов в исходных и рабочих растворах (для примера), т. к. точные значения концентраций исходных растворов рассчитывают, исходя из навески используемого реактива и содержания в нём компонента							

При построении градуировочной характеристики в сорбционные трубки, предварительно вынув стекловату или стекловолокно, на силохром наносят микрошприцем ёмкостью 10 мм^3 рабочие растворы № 1, 2, 3 в соответствии с табл. 3, закрывают стекловатой или стекловолокном и с другого конца приливают пипеткой по каплям метиленхлорид в коли-

честве 1 см^3. Элюат собирают в микрососуд с узким коническим дном и упаривают метиленхлорид на водяной бане при 50 °С досуха. Остаток растворяют в 10 мм^3 этанола. Микрошприцем ёмкостью 10 мм^3 отбирают 2 мм^3 реэкстракта и анализируют на газовом хроматографе с масс-селективным детектором при условиях по п. 9.5. Анализ градуировочного раствора № 1 – анализ холостой пробы.

Порядок выхода летучих компонентов ароматизаторов при производстве пищевых ароматизаторов: 1,2-пропиленгликоль, этилбутират, изоамилацетат, α-пинен, бензальдегид, лимонен, линалоол, ментон, ментол (2 изомерных рацемата), триацетат глицерина, ванилин.

На полученных хроматограммах летучие компоненты идентифицируют по масс-спектрам и временам выхода, в автоматическом режиме определяют площади пиков S_{ij}^k, бке (безразмерные компьютерные единицы), где индекс i соответствует номеру градуировочного раствора, индекс j – номеру определения для данной серии и проводят проверку приемлемости полученных аналитических сигналов. Аналитические сигналы признаются приемлемыми при выполнении условия

$$\frac{S_{ij}^{k\,max} - S_{ij}^{k\,min}}{S_i^k} \cdot 100 \le d \text{, где} \qquad (1)$$

$S_{ij}^{k\,max}$, $S_{ij}^{k\,min}$, S_i^k – максимальное, минимальное и среднее значения площади пика k-го компонента i-й серии градуировочной характеристики, бке;

d – норматив (при $P = 0{,}95$), равный 22 %.

Для каждого компонента в каждой из 7 серий рассчитывают средние значения площади пика в серии по формуле

$$S_i^k = \frac{\sum S_{ij}^k}{3} \qquad (2)$$

и строят линейную градуировочную характеристику (по методу наименьших квадратов) для каждого компонента, выражающую зависимость массы m^k, мкг, введённой в хроматограф, от среднего значения площади пика S^k, бке, выражаемую для каждого компонента уравнением

$$S^k = K^k \cdot m^k \text{, где} \qquad (3)$$

K^k – градуировочный коэффициент, полученный в результате обработки экспериментальных данных по 7 сериям измерений для k-го компонента, мкг/бке.

Градуировочная характеристика признается приемлемой при выполнении условия

$$\frac{\left|m_i^k - m_i^{k\,гр}\right|}{m_i^{k\,гр}} \cdot 100 \le K_{гр}, \text{ где} \qquad (4)$$

$m_i^{k\,гр}$ – заданное значение массы k-го компонента, полученное по градуировочной характеристике, мкг;

m_i^k – масса компонента, введённого в хроматограф, мкг;

$K_{гр}$ – норматив, равный 8 %.

Градуировку проводят при внедрении методики в лаборатории, после ремонта хромато-масс-спектрометрической системы, после смены партии реактивов, а также при отрицательных результатах контроля стабильности градуировочной характеристики по п. 12.2.

9.8. Отбор проб воздуха

Отбор проб воздуха, содержащего летучие компоненты, выделяющиеся в воздух в процессе производства пищевых ароматизаторов, проводят согласно ГОСТ 17.2.3.01. В одной точке отбора отбирают одну пробу воздуха. Воздух аспирируют с помощью электроаспиратора через сорбционную трубку со скоростью 0,4 дм^3/мин в течение 30 мин. Объём отобранного воздуха – 12 дм^3. Трубку с отобранной пробой закрывают пробкой из фторопласта и помещают в металлический контейнер, предназначенный для транспортирования. По окончании отбора проб составляют протокол отбора проб. Срок хранения трубки с отобранной пробой в холодильнике при температуре 5 °С – не более 2 недель.

10. Выполнение измерений

Компоненты, сконцентрированные на сорбенте, элюируют пропусканием через сорбционную трубку 1,5 см^3 метиленхлорида в направлении, противоположном протягиванию воздуха. Элюат собирают в микрососуд с узким коническим дном (виалу) и упаривают до сухого остатка на водяной бане при 50 °С. К остатку добавляют 10 мм^3 этанола и анализируют 2 мм^3 раствора на газовом хроматографе с масс-селективным детектором в условиях, описанных в п. 9.5. На полученных хроматограммах по временам удерживания компонентов и их масс-спектрам идентифицируют соединения и в автоматическом режиме определяют площадь пика каждого соединения. Для каждого k-го компонента получают три значения площади пика и проверяют их приемлемость по условию (1). При выполнении условия вычисляют среднее значение пло-

щади пика и по градуировочным характеристикам (п. 9.5) определяют массу каждого компонента в аликвоте, введённой в хроматограф (в 2 мм^3 реэкстракта).

11. Вычисление результатов измерений

11.1. Массовую концентрацию k-го идентифицированного компонента ароматизаторов, содержащегося в воздухе C, мг/м^3, вычисляют по формуле

$$C^k = \frac{5 \cdot m^k}{V_0}, \text{ где} \qquad (5)$$

m^k – масса k-го компонента, найденная по соответствующей градуировочной характеристике, мкг;

5 – коэффициент пересчета массовой концентрации вещества, учитывающий, что хроматографическому анализу подвергалась $^1/_5$ часть этанольного экстракта (аликвота);

V_0 – объем воздуха, дм^3, взятого для анализа и приведенного к нормальным условиям по формуле

$$V_0 = \frac{V_1 \cdot 273 \cdot P}{(273 + t) \cdot 101{,}3}, \text{ где} \qquad (6)$$

V_1 – объем воздуха, отобранного для анализа, дм^3;

P – атмосферное давление в месте отбора, кПа;

t – температура воздуха в месте отбора пробы, °С.

11.2. Результат измерений массовой концентрации летучих компонентов пищевых ароматизаторов C, мг/м^3, в воздушной пробе получают путём суммирования массовых концентраций всех идентифицированных в воздушной пробе веществ, полученных по п. 11.1 по формуле

$$C = \sum C^k . \qquad (7)$$

12. Контроль точности

12.1. Контроль точности результатов измерений предусматривает:

– контроль стабильности градуировочной характеристики;

– контроль точности измерений массы компонентов, нанесенных на сорбент.

Периодичность контроля устанавливает лаборатория, применяющая методику.

12.2. Контроль стабильности градуировочной характеристики.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят перед выполнением измерений.

Образцами для контроля являются вновь приготовленные по п. 9.6 рабочие растворы № 2 изоамилацетата и триацетата глицерина. В соответствии с табл. 3 на одну сорбционную трубку вносят 4 мм^3 рабочего раствора изоамилацетата (серия 4), на другую 7 мм^3 триацетата глицерина (серия 5) и выполняют действия по п. 9.7.

Градуировочную характеристику считают стабильной, если выполняется условие

$$\frac{\left|S_i^k - S_i^{k\,гр}\right|}{S_i^{k\,гр}} \cdot 100 \le G \text{, где} \qquad (8)$$

S_i^k – среднее значение площади пика k-го компонента, полученное при контроле (с помощью образца для контроля);

$S_i^{k\,гр}$ – значение площади пика k-го компонента, рассчитанное по полученной ранее градуировочной характеристике (п. 9.7), для i-го градуировочного раствора, соответствующего образцу для контроля;

G – норматив контроля, равный 10 %.

Примечание. При проведении контроля стабильности градуировочной характеристики по другим компонентам норматив контроля $G = 10$ %.

Если условие стабильности не выполняется, проводят повторное измерение. При повторном получении отрицательного результата выясняют причины нестабильности градуировочной характеристики и повторяют контроль стабильности с использованием другой серии и/или другого компонента, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики по любому из компонентов все градуировочные характеристики получают заново.

12.3. Контроль точности измерений массы компонентов, нанесенных на сорбент.

Данный вид контроля проводят при внедрении методики в лаборатории, допуске к работе специалистов, после длительных перерывов в работе, после смены реактивов, периодическом контроле по указанию руководства и в других случаях. Контроль точности измерений массы компонентов, нанесенных на сорбент, позволяет охватить процедуру измерения, начиная с извлечения выбранных компонентов с сорбента.

Контрольным образцом является подготовленная по п. 9.4 сорбционная трубка с нанесенными на силохром вновь приготовленными рабочими растворами, например, изоамилацетата и триацетата глицерина.

Рабочие растворы № 2 и/или № 3 выбирают таким образом, чтобы при суммировании масса всех идентифицированных в пробе компонентов находилась в диапазоне от 0,50 до 12 мкг. Выбранные рабочие растворы наносят на сорбционную трубку в соответствии с п. 9.7 и анализируют в соответствии с п. 10.

Суммарное значение массы компонентов в контрольном образце $m_{КО}$, мкг, рассчитывают по формуле

$$m_{КО} = \sum m_{КО}^{k}, \text{ где} \qquad (9)$$

$m_{КО}^{k}$ – масса k-го компонента, мкг, в контрольном образце, определяемая по процедуре приготовления, по формуле

$$m_{КО}^{k} = \frac{C_{р/р}^{k}}{V_{р/р}}, \text{ где} \qquad (10)$$

$C_{р/р}^{k}$ – массовая концентрация k-го компонента в рабочем растворе, используемом для приготовления контрольного образца, мкг/мм^3,

$V_{р/р}$ – объем рабочего раствора, внесенный в сорбционную трубку, мм^3.

Суммарное значение массы идентифицированных в контрольном образце компонентов m, мкг, рассчитывают по формуле

$$m = 5 \cdot \sum m^{k}, \text{ где} \qquad (11)$$

m^{k} – масса k-го компонента (в аликвоте анализируемого реэкстракта), полученная по градуировочной характеристике, мкг.

Результаты контроля признают удовлетворительными, если выполняется неравенство

$$|m - m_{КО}| \leq 0{,}01 \cdot m_{КО} \cdot K_0, \text{ где} \qquad (12)$$

K_0 – норматив контроля, %.

Норматив K_0 принимают равным $0{,}8 \cdot U^0$.

Если неравенство не выполняется, то процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении этого условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

13. Оформление результатов измерений

Результат измерений массовой концентрации летучих компонентов пищевых ароматизаторов в воздухе C (мг/м^3) представляют (в полном формате) в виде:

$$C \pm 0{,}01 \cdot U^0 \cdot C, \text{ при } P = 0{,}95, \text{ где}$$

C – массовая концентрация летучих компонентов пищевых ароматизаторов (суммарно, при температуре 0 °С и атмосферном давлении 101,3 кПа), вычисленная по формуле (7), мг/м^3;

U^0 – расширенная неопределенность измерений (с коэффициентом охвата 2), % (см. табл. 2).

При необходимости приводят результаты измерений массовой концентрации индивидуальных компонентов (α-пинена, лимонена, ментола, пропиленгликоля, линалоола, бензальдегида, ванилина, ментона, этилбутирата, изоамилацетата, триацетата глицерина).

$$C^k \pm 0{,}01 \cdot U_k^0 \cdot C^k, \text{ при } P = 0{,}95, \text{ где}$$

C^k – массовая концентрация k-го идентифицированного индивидуального компонента ароматизатора (при температуре 0 °С и атмосферном давлении 101,3 кПа), вычисленная по формуле (5), мг/м^3;

U_k^0 – расширенная неопределенность измерений (с коэффициентом охвата 2), % (см. табл. 2).

Примеры записи:

массовая концентрация летучих компонентов пищевых ароматизаторов (0,200 ± 0,044) мг/м^3;

массовая концентрация лимонена (0,008 ± 0,002) мг/м^3;

массовая концентрация ментона (0,19 ± 0,04) мг/м^3.

Примечание. Результат измерений массовой концентрации летучих компонентов пищевых ароматизаторов или k-го идентифицированного индивидуального компонента ароматизатора может быть также представлен в виде

$$C^k \text{ мг/м}^3;\ U_k^0\ \%\ (k = 2)$$

или

$$C^k \text{ мг/м}^3;\ \pm \delta\ \%\ (P = 0{,}95)$$

Примеры записи: 0,200 нг/см^3; $U^0 = 22$ % ($k = 2$)

0,200 нг/см^3; $\delta = \pm 22$ % ($P = 0{,}95$)

В протоколе измерений (анализа) указывают дату, время и место отбора пробы, дату(ы) проведения анализа, название лаборатории,

юридический адрес организации, ответственного исполнителя и руководителя лаборатории, проводившей отбор и анализ пробы.

В случае, если содержание вещества ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, производят следующую запись в протоколе: «массовая концентрация летучих компонентов пищевых ароматизаторов менее 0,010 мг/м^3 (более 2,00 мг/м^3)».

Хромато-масс-спектрометрическое определение в атмосферном воздухе летучих компонентов пищевых ароматизаторов в процессе их производства

Методические указания
МУК 4.1.3141—13

Редактор Н. В. Кожока
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 26.02.14

Формат 60x88/16 Печ. л. 2,0
Тираж 200 экз. Заказ 15

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18, стр. 5, 7

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 8(495)952-50-89

gost.e-ecolog.ru