ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПРЕПАРАТЫ БИОЛОГИЧЕСКИЕ СУХИЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КИСЛОРОДА ВО ФЛАКОНАХ С ПРЕПАРАТОМ

ГОСТ 27785—88

Издание официальное

Б3 7—88/502

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 615.37.619:006.354 Группа Р39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПРЕПАРАТЫ БИОЛОГИЧЕСКИЕ СУХИЕ

Метод определения кислорода во флаконах с препаратом

Biological dry compounds.
Method for determination of oxygen content in bottles of compound

ГОСТ
27785—88

ОКСТУ 9380

Срок действия с 01.07.89
до 01.07.94

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на сухие биологические препараты, применяемые в ветеринарии, и устанавливает хроматографический метод определения количества кислорода, содержащегося в заполненных азотом и герметично закрытых флаконах с сухими биологическими препаратами.

Сущность метода заключается в отборе пробы газа из флакона с сухим препаратом, вводе ее в хроматограф, получении на хроматограмме двух разделенных пиков кислорода и азота и количественном определении кислорода.

1. МЕТОД ОТБОРА ПРОБ

1.1. Для проведения испытания из серии готового препарата методом случайного отбора из разных мест берут 3 флакона с сухим препаратом.

1.2. Взятые флаконы проверяют на целостность и герметичность, тщательно осматривая поверхности флаконов с целью выявления трещин, а также проверяя плотность прилегания закатанного колпачка и резиновой пробки. Флаконы с трещинами или дефектами укупоривания для испытания не используют.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Хроматограф газовый марки ЛХМ-8МД или других аналогичных марок с детектором по теплопроводимости и газохроматографической колонкой диаметром 3,0 мм и длиной 1000 мм.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1988

Печь муфельная с температурой нагрева до 1000°С.

Измеритель расхода газа с бюреткой 4—1—50 по ГОСТ 20292—74.

Секундомер СДС-пр-1 по ГОСТ 5072—79.

Шприц медицинский типа «Рекорд» вместимостью 1 $см^3$ или микрошприц марки МШМЛ62.793.014 к хроматографу ЛХМ-8МД.

Сетки проволочные тканые с ячейками 0,3—0,5 мм по ГОСТ 6613—86.

Лупа измерительная 10× типа ЛПИ-457 по ГОСТ 25706—83.

Эксикатор диаметром 250 мм по ГОСТ 25336—82.

Ступка фарфоровая.

Линейка металлическая длиной 30 см по ГОСТ 427—75.

Сита молекулярные — цеолит синтетический марки СаА зернением 0,3—0,5 мм.

Игла медицинская 0840 по ГОСТ 25377—82.

Трубка резиновая медицинская внутренним диаметром 4,2×2 мм, длиной 10 м по ГОСТ 3399—76.

Бутыль вместимостью 3000 $см^3$.

Пробка резиновая по ГОСТ 7852—76.

Масло силиконовое.

Гелий.

Азот газообразный особой чистоты по ГОСТ 9293—74.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Подготовка колонки

Синтетический цеолит измельчают в фарфоровой ступке, отсеивают на ситах порошок дисперсностью 0,3—0,5 мм, промывают его дистиллированной водой для удаления пыли, высушивают и прокаливают в муфельной печи в течение 2 ч при температуре 450—500°С, затем охлаждают в эксикаторе на сетках до комнатной температуры.

Хроматографическую колонку устанавливают вертикально и засыпают синтетическим цеолитом, уплотняя его вибратором или легким постукиванием снизу. Колонку не досыпают на 1 см и закупоривают сеткой. Заполненную колонку устанавливают в термостате хроматографа и, не присоединяя к детектору, пропускают через нее поток гелия или азота особой чистоты (30—40 $см^3$/мин) в течение 3 ч при температуре 160—180°С. Затем колонку присоединяют к детектору и продолжают через нее пропускать гелий или азот, пока не прекратится дрейф нулевой линии при максимальной чувствительности детектора.

3.2. Подготовка хроматографа

Подготовку хроматографа к работе и включение выполняют в соответствии с заводской инструкцией. Режим работы хроматографа осуществляется при следующих параметрах:

Температура колонки	40°С
Температура детектора	60°С
Скорость газа-носителя гелия:	
в измерительной колонке	60 см³/мин
в колонке сравнения	30 см³/мин
Скорость диаграммной ленты	2400 мм/ч
Объем пробы, подаваемой в испаритель:	
для шприца «Рекорд»	от 150 до 250 дм³
для шприца МШМЛ62,793,014	60 дм³

В зависимости от предполагаемой объемной доли кислорода и объема пробы выбирают ток и чувствительность детектора в соответствии с таблицей.

Объемная доля кислорода, %	Объем пробы, дм³	Ток детектора, мА	Чувствительность	
			Кислород	Азот
Св. 0,05 до 0,5 включ.	60	170±5	1/3	1/100
	150—250	140±2	1/3	1/100
Св. 0,5 до 5,0 включ.	60	170±5	1/10	1/100
	150—250	140±2	1/10	1/100
Св. 5,0	60	150±5	1/10	1/10
	150—250	110±2	1/10	1/10

При отсутствии данных об объемной доли кислорода во флаконах испытание проводят при максимальной чувствительности детектора.

Готовность хроматографа к анализу и его работоспособность проверяют, используя в качестве газовой пробы атмосферный воздух.

3.3. Подготовка флакона с препаратом к испытанию

Для отбора пробы газа из флакона с препаратом выравнивают давление газа во флаконе с атмосферным давлением. Выравнивание давлений проводят азотом, который подается из баллона через редуктор под давлением 10 КПа (0,1 кгс/см²) по резиновому шлангу в ресивер-бутыль вместимостью не менее 3000 см³, а из него по резиновому шлангу в медицинскую иглу, которой прокалывают резиновую пробку испытуемого флакона. Перед прокалыванием иглой пробки флакона азот пропускают через систему хроматографа в течение 30 мин с целью удаления остатков воздуха в ней и проверяют чистоту выходящего азота на содержание в нем кислорода на хроматографе. Затем пере-

крывают подачу азота в ресивер и спустя 15 с прокалывают иглой пробку флакона, выравнивая давление в нем с атмосферным. Через 2—3 с иглу из пробки извлекают.

3.4. Подготовка медицинского шприца

3.4.1. Предварительно устанавливают на штоке шприца металлическую трубку диаметром 4 мм, длиной 30 мм для ограничения хода поршня с целью достижения объема под поршнем 150—250 мкл и проверяют шприц на герметичность. Для этого шприц с плотно надетой иглой вкалывают в резиновую пробку, погружают всю иглу с канюлей и наконечником шприца в воду и при легком надавливании на поршень следят за появлением пузырьков воздуха. Если пузырьки воздуха не выходят в месте соединения канюли иглы со шприцем и поршень не подается при нажатии на него, шприц следует считать герметичным для анализа. В целях уплотнения и легкости хода поршня перед его использованием слегка смазывают внутреннюю поверхность цилиндра шприца в нижней его части тонким слоем силиконового масла.

3.4.2. Подготовленным к отбору газа медицинским шприцем с иглой прокалывают резиновую трубку, по которой выходит гелий из колонки сравнения хроматографа, и дважды медленно шприцем набирают и выпускают гелий. В третий раз, набрав гелий в шприц и расположив его иглой вниз, отбирают пробы газа из флакона с препаратом.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Из каждого флакона отбирают две пробы газа и последовательно одну за другой, с интервалом 3—4 мин, вводят в испаритель хроматографа. Для этого прокалывают резиновую пробку флакона, выдавливают гелий из шприца во флакон и спустя 1—2 с набирают под поршень шприца пробу газа. Шприц извлекают из пробки флакона и быстро переносят к испарителю хроматографа в вертикальном положении. Точно по центру канала прокалывают иглой шприца прокладку испарителя и вводят в испаритель хроматографа.

Пробу в испаритель вводят плавным нажатием пальца на шток с таким расчетом, чтобы поршень двигался плавно с одинаковой скоростью для всех вводимых проб. Извлекают иглу шприца из испарителя также плавно, удерживая шприц в вертикальном положении.

Через 110—120 с после ввода пробы на хроматограмме самописец вычерчивает пик кислорода, а затем пик азота. Если какой-либо из пиков не укладывается в размер ширины диаграммной ленты или его размер мал, следует изменить чувствительность хроматографа в соответствии с заводской инструкцией.

Через 20—25 проколов следует заменить резиновую прокладку испарителя на новую.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Рассчитывают площадь пиков кислорода и азота. Для этого на хроматограмме измеряют высоту и ширину пиков кислорода и азота с помощью металлической линейки длиной 30 см, увеличительной лупы и жесткого острозаточенного карандаша. Высоту пиков измеряют от базовой линии до вершины пика, ширину пика — на половине его высоты. При измерениях берут расстояние от внутреней толщины линии пика до наружной.

Площадь пиков кислорода (S_{O_2}) и азота (S_{N_2}) в квадратных миллиметрах вычисляют по формулам:

$$S_{O_2} = h_1 \cdot b_1;$$

$$S_{N_2} = h_2 \cdot b_2,$$

где h_1, h_2 — высота пиков кислорода и азота, мм;

b_1, b_2 — ширина пиков кислорода и азота, мм.

5.2. Объемную долю кислорода (X) в процентах в каждой пробе газа вычисляют ло формуле

$$X = \frac{S_{O_2}}{S_{O_2} + S_{N_2}} \cdot 100,$$

где S_{O_2}, S_{N_2} — площади пиков кислорода и азота, мм^2.

5.3. За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов определений в трех флаконах препарата.

Относительная приведенная погрешность метода при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должна превышать 10%.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Государственным агропромышленным комитетом СССР

ИСПОЛНИТЕЛИ

Ю. П. Чернецкий, канд. техн. наук (руководитель темы); **Ю. А. Рябков; Ю. Г. Опарин; В. В. Желтов, канд. вет. наук; Е. В. Пронина**, канд. хим. наук; **Н. В. Алкеев**, канд. физ.-мат. наук

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26.07.88 № 2751

3. **Срок первой проверки — 1995 г.**

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 427—75	2
ГОСТ 3399—76	2
ГОСТ 5072—79	2
ГОСТ 9293—74	2
ГОСТ 6709—72	2
ГОСТ 6613—86	2
ГОСТ 7852—76	2
ГОСТ 20292—74	2
ГОСТ 25336—82	2
ГОСТ 25377—82	2
ГОСТ 25706—83	2

Редактор *Н. Е. Шестакова*
Технический редактор *М. И. Максимова*
Корректор *А. М. Трофимова*

Сдано в наб. 09.09.88. Подп. в печ. 23.09.88 0,5 усл. п. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,37 уч.-изд. л. Цена 3 коп.

gost.e-ecolog.ru

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 2699