

Изменение № 1 ГОСТ 14618.5—78 Масла эфирные, вещества душистые и полу-продукты их синтеза. Газохроматографический метод анализа

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.10.84 № 3766 срок введения установлен

с 01.05.85

Под наименованием стандарта проставить коды: ОКСТУ 9151, 9152, 9154.

Раздел 1 изложить в новой редакции:

«1. Аппаратура, материалы и реактивы

Хроматограф газовый с детектором по теплопроводности или ионизации в пламени.

Колонка газохроматографическая U-образная или спиральная из нержавеющей стали или стекла длиной 100—300 см, внутренним диаметром 0,3—0,4 см.

Микрошприц типа МШ-10, вместимостью $1 \cdot 10^{-2}$ см³ (10 мкл) с ценой деления $0,2 \cdot 10^{-3}$ см³ (0,2 мкл).

Микрошприц типа МШ-1 или Газохром-101, вместимостью $1 \cdot 10^{-3}$ см³ (1 мкл) с ценой деления $0,02 \cdot 10^{-3}$ см³ (0,02 мкл).

Линейка логарифмическая по ГОСТ 5161—72.

Лула измерительная по ГОСТ 25706—83.

Интегратор цифровой автоматический для обработки хроматограмм типа И-02.

Газ-носитель — азот, сжатый в баллоне по ГОСТ 9293—74 (для детектора ионизации в пламени) или гелий газообразный высшей очистки 99—99,5 % (для детектора по теплопроводности).

Водород технический марки А по ГОСТ 3022—80 или электролитический, получаемый от генератора водорода типа СГС-2.

Воздух технический по ГОСТ 17433—80.

Носитель твердый — хромсорб W-AW или W-AW-DMCS, частицами размером 0,20—0,25 мм (60—80 меш) или 0,16—0,20 мм (80—100 меш).

Хроматон N-AW или N-AW-DMCS, частицами размером 0,16—0,20 или 0,20—0,25 мм.

В особых случаях допускается применение других носителей или готовых насадок.

Фаза неподвижная — апнезон Л, полидиэтиленгликольадипинат, связанный с пентаэритритом LAC-2R-446), полиэтиленгликоль с молекулярной массой 20000 (ПЭГ 20М, карбовакс 20М), силикон SE-30, силикон XE-60, полипропиленгликольадипинат (реоплекс-400). Для полиэфирных фаз (LAC-2R-446, реоплекс-400) допустимое кислотное число — не более 3.

В особых случаях допускается применение других неподвижных фаз или готовых насадок.

Растворители для неподвижных фаз — петролейный эфир (для апнезона Л), хлороформ по ГОСТ 20015—74 (для SE-30 и ПЭГ 20М), ацетон по ГОСТ 2603—79 (для реоплекса-400, XE-60, LAC-2R-446).

Спирт этиловый ректифицированный по ГОСТ 5962—67.

Толуол по ГОСТ 5789—78.

Эфир этиловый медицинский.

Колба КП-1—500—29/32 ТС по ГОСТ 25336—82».

Пункт 2.1. Заменить слова: «колбу Вюрца вместимостью 250 мл» на «колбу КП-1—500», «Погрешность взвешивания 0,1 г» на «Результат взвешивания в граммах записывают до первого десятичного знака»; исключить слова: «Для полиэфирных фаз (реоплекс-400 и др.) допустимое кислотное число — не более 3».

Пункт 2.2. Третий абзац изложить в новой редакции: «Количество насадки, израсходованное на заполнение колонки длиной 100 см и внутренним диаметром 0,3 см, составляет $(2,1 \pm 0,2)$ г при использовании хромосорба W-AW и W-AW-DMCS и $(2,6 \pm 0,2)$ г при использовании хроматона N-AW и N-AW-DMCS».

Пункт 2.3.1. Третий абзац и таблицу 1 исключить;

(Продолжение см. стр. 222)

четвертый абзац изложить в новой редакции: «Степень разделения P определяют в случае неполного разделения пиков, соответствующих основным веществам, для новой колонки. Далее значение P проверяют периодически перед каждой новой серией анализов. Значение P должно быть не менее 85 %».

Пункт 2.3.2. Четвертый абзац и таблицу 2 исключить;

пятый абзац изложить в новой редакции: «Значение величины n определяют по основному анализируемому веществу в изотермическом режиме. Значение n на 100 см длины колонки должно быть в пределах 500—1000 теоретических тарелок (т.т.) (приводится в каждой частной методике анализа)».

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.3.3: «2.3.3. Проверка колонки на инертность

Для анализа лабильных соединений (например, некоторых соединений терпенового ряда) используют стеклянные колонки, предварительно проверенные на инертность. Для этого при 130 °С хроматографируют линналиацетат. На хроматограмме должны отсутствовать дополнительные пики, свидетельствующие о его разложении».

Пункт 2.4. Последний абзац исключить.

Раздел 2 дополнить пунктами — 2.4.1, 2.4.2: «2.4.1. При определении относительного калибровочного коэффициента (K_i) пробу готовят следующим образом: взвешивают 0,5—1 г анализируемого вещества и добавляют к нему примерно равное количество эталонного вещества. В качестве последнего используют вещество, близкое по времени удерживания к времени удерживания анализируемого вещества. Результат взвешивания в граммах записывают до четвертого десятичного знака.

2.4.2. При использовании метода «внутреннего эталона» пробу готовят аналогичным образом (п. 2.4.1), добавляя эталон к анализируемой смеси в количестве примерно равным определяемому компоненту».

Пункт 2.5. Исключить слова: «Ширина пиков на половине высоты должна быть не менее 5 мм».

Пункт 2.6. Первый абзац изложить в новой редакции: «Площадь пика (S_i) на хроматограмме измеряют интегратором или вычисляют по формуле

$$S_i = h_i \cdot b_i,$$

где h_i — высота пика, измеренная логарифмической линейкой, мм;

b_i — ширина пика на половине высоты, измеренная логарифмической линейкой (при ширине 5 мм и более) или измерительной лупой (при ширине менее 5 мм), мм».

Пункт 2.7. Заменить слова: «Пробу готовят по п. 2.4» на «Пробу готовят по п. 2.4.1», «Определяют среднее квадратичное отклонение (S_N) и погрешность (ϵ) при вероятности 0,95 по формулам» на «Определяют среднее квадратическое отклонение (S_N) и погрешность (ϵ) при $N=20$ и доверительной вероятности $P=0,95$ по формулам».

Пункт 2.9. Предпоследний и последний абзацы исключить.

Раздел 2 дополнить пунктом — 2.10: «2.10. Для метода «внутренней нормализации» (п. 2.8) и метода «внутреннего эталона» (п. 2.9) определяют среднее квадратическое отклонение S_N (при $N=10$) для полученной величины S . Погрешность анализа (ϵ) для двух параллельных измерений рассчитывают при доверительной вероятности $P=0,95$ по формуле

$$\epsilon = \pm \frac{2,26 \cdot S_N}{\sqrt{2}} .$$

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных измерений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать $4 S$ ».

Раздел 3 исключить.

(ИУС № 2 1985 г.)