
**Краски и лаки. Определение содержания
летучих органических соединений
(VOC).**

Часть 2.

Метод газовой хроматографии

*Paints and varnishes — Determination of volatile organic compound
(VOC) content—*

Part 2: Gas-chromatographic method

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8a71e7b-9db2-4c9d-b6b1-4d280b78535e/iso-11890-2-2013>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 11890-2:2013(R)

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 11890-2:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8a71e7b-9db2-4c9d-b6b1-4d280b78535e/iso-11890-2-2013>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2013

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране заявителя.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие.....	v
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	1
4 Принцип	2
5 Необходимая дополнительная информация	3
6 Аппаратура	3
6.1 Газовый хроматограф.....	3
6.2 Система ввода пробы	3
6.3 Печь	4
6.4 Детектор.....	4
6.5 Капиллярная колонка.....	4
6.6 Оборудование для количественного анализа	4
6.7 Шприц для ввода пробы	4
6.8 Диаграммный самописец.....	5
6.9 Интегратор	5
6.10 Виалы для проб.....	5
6.11 Газовые фильтры.....	5
6.12 Газы	5
7 Реактивы	5
7.1 Внутренний стандарт	5
7.2 Соединения для калибровки	5
7.3 Растворитель для разбавления.....	5
7.4 Вещество-метка	6
8 Отбор образцов	6
9 Методика	6
9.1 Плотность.....	6
9.2 Содержание воды	6
9.3 Условия проведения газовой хроматографии.....	6
9.4 Количественный анализ продукта	6
9.5 Калибровка	7
9.6 Приготовление образца.....	7
9.7 Количественное определение содержания соединений	7
10 Расчет	8
10.1 Общие положения.....	8
10.2 Метод 1: содержание VOC в продукте, “готовом к применению”, в процентах по массе	8
10.3 Метод 2: содержание VOC в продукте, “готовом к применению”, в граммах на литр	9
10.4 Метод 3: содержание VOC в продукте, “готовом к применению” с меньшим содержанием воды, в граммах на литр.....	9
10.5 Метод 4: содержание VOC в продукте, “готовом к применению” с меньшим содержанием воды и фотохимически неактивных соединений, в граммах на литр (требуется только в случае применения национального законодательства)	10
11 Выражение результатов	10

12	Прецизионность	10
12.1	Общие положения	10
12.2	Предел повторяемости r	10
12.3	Предел воспроизводимости R	11
13	Протокол испытания	11
Приложение А (нормативное) Необходимая дополнительная информация		12
Приложение В (информативное) Примеры условий проведения газовой хроматографии		13
Библиография		17

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11890-2:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8a71e7b-9db2-4c9d-b6b1-4d280b78535e/iso-11890-2-2013>

Предисловие

ISO (международная организация по стандартизации) является всемирной федерацией, объединяющей национальные органы по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по разработке международных стандартов, как правило, ведется в технических комитетах ISO. Каждый комитет-член, заинтересованной в разработке теме, ради которой был образован данный технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, поддерживающие связь с ISO, также принимают участие в ее работе. ISO тесно сотрудничает с Международной Электротехнической Комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Части 2 Директив ISO/IEC.

Основное назначение технических комитетов заключается в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Для опубликования международного стандарта требуется собрать не менее 75 % положительных голосов комитетов-членов, принявших участие в голосовании.

Обращается внимание на тот факт, что некоторые элементы настоящего документа могут являться предметом патентных прав. ISO не несет ответственность за идентификацию части или всех подобных патентных прав.

ISO 11890-2 был разработан Техническим Комитетом ISO/TC 35, *Краски и лаки*.

Настоящее третье издание отменяет и заменяет второе издание (ISO 11890-2:2006), которое подверглось незначительной модификации для внесения поправки в числитель дроби Формулы (6) в 10.5.

ISO 11890 состоит из следующих частей, которые имеют общее наименование *Краски и лаки*.
Определение содержания летучих органических соединений (VOC):

- *Часть 1. Разностный метод*
- *Часть 2. Метод газовой хроматографии*

Краски и лаки. Определение содержания летучих органических соединений (VOC).

Часть 2.

Метод газовой хроматографии

1 Область применения

Настоящая часть of ISO 11890 входит в серию стандартов, распространяющихся на отбор образцов и проведение испытаний красок, лаков и других лакокрасочных продуктов.

Стандарт устанавливает метод определения содержания летучих органических соединений (VOC) в красках, лаках и лакокрасочном сырье. Настоящей части следует отдавать предпочтение, если ожидаемое содержание VOC более 0,1 % по массе и приблизительно менее 15 % по массе. Когда содержание VOC приблизительно более 15 % по массе, может использоваться менее сложный метод, приведенный в ISO 11890-1.

Данный метод предполагает, что летучие соединения являются либо водными, либо органическими. Однако могут присутствовать и другие летучие неорганические соединения, поэтому может возникнуть необходимость в их количественном определении с помощью другого пригодного метода и введении соответствующей поправки при расчетах.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы, полностью или частично, являются обязательными при применении данного документа. Для датированных ссылок применяется только цитированное издание документа. Для недатированных ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 760, *Определение содержания воды. Метод Карла Фишера (общий метод)*

ISO 1513, *Краски и лаки. Контроль и подготовка образцов для испытаний*

ISO 2811-1, *Краски и лаки. Определение плотности. Часть 1. Пикнометрический метод*

ISO 2811-2, *Краски и лаки. Определение плотности. Часть 2. Метод погруженного тела (метод отвеса)*

ISO 2811-3, *Краски и лаки. Определение плотности. Часть 3. Осцилляционный метод*

ISO 2811-4, *Краски и лаки. Определение плотности. Часть 4. Метод давления чаши*

ISO 15528, *Краски, лаки и сырье для них. Отбор образцов*

3 Термины и определения

Применительно к настоящему документу используются следующие термины и определения.

3.1

летучее органическое соединение
volatile organic compound
VOC

любая органическая жидкость и/или твердое вещество, самопроизвольно испаряющееся при преобладающих значениях температуры и давления атмосферы, с которой оно контактирует

ПРИМЕЧАНИЕ 1 к статье: В отношении настоящего использования термина VOC для лакокрасочных материалов, см. содержание летучих органических соединений (содержание VOC).

ПРИМЕЧАНИЕ 2 к статье: Согласно законодательству правительства США применение термина VOC ограничивается только теми соединениями, которые проявляют фотохимическую активность в атмосфере (см. ASTM D 3960). Любое другое соединение определяется в таком случае как фотохимически неактивное.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 к статье: Согласно европейскому законодательству, Директива ЕС EU Directive 2004/42/EC, термин VOC относится к летучим органическим соединениям с точкой кипения до 250 °C, измеренной при нормальном атмосферном давлении 101,3 кПа.

[ИСТОЧНИК: ISO 4618:2006, исправленное — Примечание 3 было добавлено к статье.]

3.2

содержание летучих органических соединений
volatile organic compound content
VOC content

масса летучих органических соединений, содержащихся в лакокрасочном материале, определенная при заданных условиях

ПРИМЕЧАНИЕ 1 к статье: Свойства и количество соединений, которые следует учитывать, зависят от области применения лакокрасочного материала. Для каждой области применения предельные значения и методы определения или расчета таких соединений устанавливаются регламентами или соглашениями.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 к статье: Если термин VOC относится к соединениям с заданной максимальной точкой кипения (см. ПРИМЕЧАНИЕ 3 в 3.1), то соединения, рассматриваемые как входящие в состав VOC, являются соединениями с точкой кипения ниже этого предельного значения, а соединения с более высокой точкой кипения рассматриваются как нелетучие органические соединения.

[ИСТОЧНИК: ISO 4618:2006, исправленное — Примечание 2 было добавлено к статье.]

3.3

фотохимически неактивное соединение
exempt compound

органическое соединения, которое не участвует в атмосферных фотохимических реакциях

ПРИМЕЧАНИЕ 1 к статье: См. Примечание 2 к статье и Примечание 3 к статье в 3.1)

3.4

готовый к применению
ready for use

состояние продукта, когда он смешивается в правильных пропорциях в соответствии с инструкциями изготовителя и разжижается, если необходимо, соответствующими разжижителями таким образом, что он готов к нанесению утвержденным методом

4 Принцип

После приготовления образца разделяют VOC посредством метода газовой хроматографии. Используется система горячего или холодного ввода пробы в зависимости от типа образца. Горячий ввод является предпочтительным методом. После того, как соединения были идентифицированы, они подлежат количественному определению по площадям пиков, используя внутренний стандарт. В зависимости от используемого оборудования можно также определить содержание воды с помощью данного метода. Затем проводят расчет для получения содержания VOC в образце.

5 Необходимая дополнительная информация

В отношении любого конкретного случая применения метод испытания, установленный в настоящей части ISO 11890, должен быть дополнен необходимой информацией. Требования к дополнительной информации приводятся в Приложении А.

6 Аппаратура

6.1 Газовый хроматограф

Прибор должен быть налажен и использован в соответствии с инструкциями изготовителя. Все инструментальные детали, контактирующие с образцом для испытания, должны изготавливаться из материала, (например, стекла), который является стойким по отношению к данному образцу и не поддается химическому воздействию.

6.2 Система ввода пробы

6.2.1 Общие положения

Используют один из двух типов, оговоренных в 6.2.2 и 6.2.3.

6.2.2 Система горячего ввода с устройством деления пробы (предпочтительная система)

Прибор должен быть оснащен блоком ввода с переменной температурой и устройством деления пробы. Температура ввода должна устанавливаться с точностью до 1 °С. Отношение деления потока должно быть регулируемым и контролируемым. Вставка устройства деления пробы должна содержать обработанную силаном стекловату для удерживания нелетучих компонентов; вставку необходимо очищать и менять ее набивку из стекловаты на новую или при необходимости полностью заменять ее, чтобы исключить погрешности вследствие остатков пленкообразующего вещества или пигмента (т.е. адсорбцию соединений). На возникновение адсорбции указывает образование «хвостов» пиков, в особенности для компонентов с низкой летучестью. standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8a71e7b-9db2-4c9d-b6b1-4d280b78575/iso-11890-2-2013

6.2.3 Система холодного ввода с устройством деления пробы

Система холодного ввода должна иметь температурное программирование для нагрева от температуры окружающей среды до температуры 300 °С и вход для устройства деления пробы, изготовленный из инертного материала, например, стекла. В устройстве деления пробы должна быть предусмотрена набивка из обработанной силаном стекловаты, и оно должно обслуживаться в соответствии с положениями, установленными в 6.2.2. Отношение деления потока должно быть регулируемым и контролируемым.

Прецизионность метода будет повышена, если система ввода, в особенности система горячего ввода, подсоединена к автоматическому дозатору. При эксплуатации автоматического дозатора необходимо следовать инструкциям изготовителя.

6.2.4 Выбор системы ввода проб

Выбор между горячим и холодным вводом пробы будет зависеть от типа испытываемого продукта. Необходимо использовать систему холодного ввода для продуктов, которые при высоких температурах выделяют вещества, оказывающие влияние на определение.

Признаки реакций расщепления или разложения могут быть получены путем выявления изменений на хроматограмме (например, появление посторонних пиков либо увеличение или уменьшение размера пика) при различных температурах дозатора.

Система горячего ввода охватывает все летучие компоненты, соединения и продукты расщепления пленкообразующих веществ и добавок. Продукты расщепления пленкообразующих веществ или добавок, которые идентичны компоненту данного продукта, могут быть разделены с помощью системы холодного ввода, поскольку они элюируют позднее в результате программируемого возрастания температуры блока ввода пробы.

6.3 Печь

Печь должна обладать способностью к нагреву в диапазоне от 40 °С до 300 °С как изотермически, так и при программируемом контроле температуры. Температура печи должна регулироваться с точностью до 1 °С. Конечная температура температурной программы не должна превышать максимальную рабочую температуру колонки (см. 6.5).

6.4 Детектор

Может быть использован любой из следующих трех детекторов, а также другие детекторы, пригодные для конкретных типов соединения:

6.4.1 Пламенно-ионизационный детектор (FID), способный функционировать при температуре до 300 °С. Для предотвращения конденсации температура детектора должна быть, по крайней мере, на 10 °С выше максимальной температуры печи. Подача газа в детектор, объем ввода, отношение деления потока и регулировка усиления должны быть оптимизированы таким образом, чтобы сигналы (площади пиков), используемые для расчета, оказались пропорциональны количеству вещества.

6.4.2 Масс-спектрометр или другой масс-селективный детектор, соответствующим образом калиброванный и настроенный.

6.4.3 Инфракрасный спектрометр на основе преобразования Фурье, соответствующим образом калиброванный (FT-IR спектрометр).

6.5 Капиллярная колонка

Колонка должна изготавливаться из стекла или плавленного кварца. Должно быть продемонстрировано, что колонки достаточной длины для разрешения летучих соединений и максимального внутреннего диаметра 0,32 мм, покрытые немодифицированным или фенилмодифицированным поли(диметилсилоксаном) или поли(этиленгликолем) при соответствующей толщине пленки, дают хорошее разделение пиков. Стационарная фаза и длина колонки должны выбираться сообразно конкретному разделению (см. примеры в [Приложении В](#)).

Соответствующее сочетание колонки, температурной программы и вещества-метки должно быть выбрано таким образом, чтобы соединения в образце, которые определяются как VOC на основании их точки кипения (см. Примечание 3 к 3.1), элюировали раньше вещества-метки (см. 7.4), а те соединения, которые не являются VOC, элюировали после вещества-метки. Когда устанавливается предельное значение точки кипения при температуре 250 °С и используется полярная стационарная фаза, рекомендуется вещество-метка, приведенное в 7.4, с колонкой марки DB-1301TM¹⁾ или ее эквивалентом длиной не менее 60 м, внутренним диаметром 0,32 мм и толщиной пленки приблизительно 1 мкм.

6.6 Оборудование для количественного анализа

Если разделенные компоненты подлежат идентификации с помощью масс-селективного детектора или FT-IR спектрометра, прибор должен подсоединяться к газовому хроматографу и эксплуатироваться в соответствии с инструкциями изготовителя.

6.7 Шприц для ввода пробы

Шприц для ввода пробы должен иметь вместимость, по меньшей мере, в два раза превосходящую объем пробы, подлежащей вводу в газовый хроматограф.

1) Капиллярная колонка DB-1301 - торговая марка изделия, поставляемого фирмой Agilent Technologies J&W. Эта информация дается для удобства пользователей данного международного стандарта и не означает одобрения этого изделия со стороны ISO. Можно использовать эквивалентные изделия, если было доказано, что их применение приводит к таким же результатам.

6.8 Диаграммный самописец

Компенсационные диаграммные самописцы пригодны для графического представления газовой хроматограммы.

6.9 Интегратор

Электронная система обработки данных (интегральное устройство или компьютер) должна использоваться для измерения площадей пиков. Параметры интегрирования, используемые при калибровке и анализе, должны быть идентичными.

6.10 Виалы для проб

Используют виалы, изготовленные из химически инертного материала, например, стекла, которые могут быть герметизированы с помощью соответствующей крышки с прокладкой, [например, резиновой мембраны, покрытой политетрафторэтиленом].

6.11 Газовые фильтры

Фильтры должны быть установлены в соединительных трубках газового хроматографа для адсорбции остаточных примесей в газах (см. [6.12](#)).

6.12 Газы

6.12.1 Газ-носитель: сухой гелий, азот или водород, не содержащий кислорода и имеющий чистоту не менее 99,996 % по объему.

6.12.2 Газы для детектора: водород, имеющий чистоту не менее 99,999 % по объему, и воздух (синтетический), не содержащий органических соединений.

6.12.3 Вспомогательный газ: азот или гелий одинакового с газом-носителем качества.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8a71e7b-9db2-4c9d-b6b1-4d280b78535e/iso-11890-2-2013>

7 Реактивы

7.1 Внутренний стандарт

Внутренним стандартом должно быть соединение, которое не присутствует в образце и полностью отделяется от других компонентов на хроматограмме. Он должен быть инертным по отношению к составляющим образца, стабильным к требуемому температурному диапазону и известной чистоты. Было установлено, что такие соединения, как изобутанол и диметилвый эфир диэтиленгликоля, являются пригодными.

7.2 Соединения для калибровки

Соединения, используемые для калибровки, должны иметь чистоту не менее 99 % по массе или должны быть известной чистоты.

7.3 Растворитель для разбавления

Используют органический растворитель, пригодный для разбавления образца. Он должен иметь чистоту не менее 99 % по массе или должен быть известной чистоты и не должен содержать каких-либо веществ, которые оказывают влияние на определение, например, вызывая перекрытие пиков на хроматограмме. Всегда проводят отдельную серию испытаний путем ввода только растворителя, для того чтобы наблюдать загрязняющие примеси и возможные интерференционные пики, в особенности, во время анализа микропримесей.

ПРИМЕЧАНИЕ Было установлено, что такие растворители, как метанол, вода и тетрагидрофуран, являются пригодными.