

НИФСИТР ЦСМ при МЭ КР

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

ВОЛОКНО ПОЛИАКРИЛОНИТРИЛЬНОЕ

**Определение концентрации миграции нитрила
акриловой кислоты в воздух.
Метод газовой хроматографии**

Издание официальное

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 301 «Синтетические волокна и нити» при участии НИИ Гигиены и профзаболеваний детей, подростков и молодежи (НИИ ГиПЗДПиМ)

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 18—2000 от 18 октября 2000 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Республики Беларусь
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главгосинспекция «Туркменстандартлары»
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 31 января 2001 г. № 45-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 30713—2000 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 2002 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2001

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

ВОЛОКНО ПОЛИАКРИЛОНИТРИЛЬНОЕ**Определение концентрации миграции нитрила акриловой кислоты в воздух.
Метод газовой хроматографии**

Polyacrylonitrile fibre. Determination of the concentration of acrylonitrile migration in air.
Method of gas chromatography

Дата введения 2002—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на полиакрилонитрильное волокно и устанавливает метод определения концентрации миграции нитрила акриловой кислоты (НАК) из волокна в воздух в моделированных условиях, применяемый при контроле производства.

Стандарт не распространяется на модакриловое волокно (нитрон-М).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 427—75 Линейки измерительные металлические. Технические условия
- ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
- ГОСТ 2603—79 Ацетон. Технические условия
- ГОСТ 3022—80 Водород технический. Технические условия
- ГОСТ 5789—78 Толуол. Технические условия
- ГОСТ 5955—75 Бензол. Технические условия
- ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия
- ГОСТ 10213.0—73 (ИСО 1130—75) Волокно и жгут химические. Правила приемки и метод отбора проб
- ГОСТ 11097—86 Нитрил акриловой кислоты технический. Технические условия
- ГОСТ 17433—80 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности
- ГОСТ 17567—81 Хроматография газовая. Термины и определения
- ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия
- ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
- ГОСТ 25706—83 Лупы. Типы, основные параметры. Общие технические требования
- ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
- ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

3 Определения

В настоящем стандарте применяют термины по ГОСТ 17567, а также следующий термин с соответствующим определением:

концентрация миграции НАК из волокна в воздух в моделированных условиях: Концентрация НАК, выделяющегося из волокна в воздух при определенных условиях: температуре, отношении массы волокна (г) к объему воздуха (дм³), скорости газообмена.

4 Определение концентрации миграции НАК в воздух

Метод основан на улавливании НАК, выделяющегося из волокна в моделированных условиях (кратность газообмена 1 объем в час, температура 37 °С), на колонке-концентраторе с последующей термодесорбцией и газохроматографическим определением с детектированием по ионизации в пламени.

4.1 Отбор проб

Из объединенной пробы, отобранной по ГОСТ 10213.0, отбирают лабораторную пробу массой не менее 50 г. Затем из лабораторной пробы отбирают элементарные пробы.

4.2 Аппаратура, материалы, реактивы

Для проведения испытания применяют:

- хроматограф газовый с пламенно-ионизационным детектором с чувствительностью по пропану $2,5 \cdot 10^{-8}$ мг/с, снабженный обогатительным устройством, состоящим из панели переключения газов, колонки-концентратора и печи десорбции, или снабженный стеклянной колонкой-концентратором, помещаемой в испаритель хроматографа, изготовленной в соответствии с рисунком А.1 (приложение А);

- весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200 г или другие с аналогичными метрологическими характеристиками;

- весы лабораторные по ГОСТ 24104 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 20 г;

- интегратор электронный или лупу измерительную с ценой деления 0,1 мм по ГОСТ 25706 и линейку измерительную с ценой деления 1 мм по ГОСТ 427;

- установку для отдувки НАК из волокна, включающую в соответствии с рисунком Б1. (приложение Б): регулятор расхода газа блока подготовки газов хроматографа; термостат, обеспечивающий температуру (37 ± 1) °С; колбу К-1-250(500)-29/32 или Кн-1-250(500)-29/32 по ГОСТ 25336; насадку с газоотводной трубкой с взаимозаменяемым конусом 29/32, аналогичную насадке от склянки для промывания газов СН-2 по ГОСТ 25336, или термостат биологический со специальной ампулой вместимостью около 200 см³ с пришлифованной крышкой; термометр лабораторный (шкала 0 — 50 °С) с ценой деления 1 °С по нормативному документу (НД);

- барометр-анероид М-67 по НД;

- шприцы медицинские вместимостью 5, 10 и 50 см³ по НД;

- пипетку 1-2-1 по ГОСТ 29169 или 1-1-2-1(2) по ГОСТ 29227;

- колбы мерные 2-25-2, 2-50-2, 2-250-2 по ГОСТ 1770;

- колонки хроматографические стеклянные длиной 200 см и внутренним диаметром 3 мм;

- микрошприц МШ-10 вместимостью 10 мм³ по НД;

- колбу К-1-250-29/32 по ГОСТ 25336;

- насадку Н1-29/32-14/23-14/23 по ГОСТ 25336;

- бутылки стеклянные вместимостью 10 дм³ или колбы К-1-10000 60/46, П-1-10000 60/46 по ГОСТ 25336 с притертой пробкой с отводом диаметром 6 — 8 мм и длиной 30 — 40 мм;

- ампулы стеклянные тонкостенные с диаметром шарика 10 — 15 мм;

- стекловату по НД;

- нитрил акриловой кислоты по ГОСТ 11097;

- полимерный сорбент для колонки-концентратора: хромосорб 101, 60/80 меш или полисорб 1, 0,16 — 0,25 мм;

- хроматон N-AW, 0,125 — 0,16 мм;

- диоктиловый эфир себадиновой кислоты по НД;

- газ-носитель — азот технический высшего сорта или азот особой чистоты по ГОСТ 9293, или гелий марки А по НД;

- водород технический по ГОСТ 3022, марка Б;

- сжатый воздух по ГОСТ 17433, классы загрязнения 0, 3, 5;

- растворители: бензол по ГОСТ 5955 или толуол по ГОСТ 5789, ацетон по ГОСТ 2603;

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709.

4.3 Подготовка к испытанию

4.3.1 Подготовка сорбента

Взвешивают необходимое для заполнения хроматографических колонок количество 10 — 15 г твердого носителя — хроматона N-AW.