

1 Область применения

Этот метод описывает количественное определение этиленоксида в области концентраций от 0,02 до 1 ppm в этоксилатах и сульфозифирах жирных спиртов.

2 Основные положения

Образец анализируют с помощью парофазной газовой хроматографии с использованием пламенно-ионизационного детектора (ПИД). Количественное определение основано на методе стандартных добавок.

3 Реагенты

- | | | |
|------------|--|-----------------------------|
| 3.1 | Этиленоксид
(50.000 мг/мл в метаноле) | Supelco # 4-8838 |
| 3.2 | ВЭЖХ-вода | Fisher Chemical # 7732-18-5 |

Примечание:

Все эталонные вещества и растворители, сопоставимые по качеству, могут быть получены от других поставщиков

4 Оборудование

- 4.1** Газовый хроматограф Clarius 580 (Perkin Elmer) с ПИД
Дозатор равновесного пара
Swafer (микроканальная технология)
- 4.2** TotalChrom Data System (Perkin Elmer)
- 4.3** Ампула для парофазного анализа, 20 мл
- 4.4** Мембраны (септы) с алюминиевым или тефлоновым покрытием и алюминиевые колпачки
- 4.5** Щипцы
- 4.6** Стандартное лабораторное оборудование

Примечание:

При использовании другой хроматографической системы, пожалуйста, проверьте пригодность метода.

5 Методика**5.1 Настройки прибора****Параметры HS**

Виала для паровфазного анализа	20 мл
Температуры:	
Термостат	80 °C
Трансферная линия	120 °C
Игла	90 °C
Верхняя ловушка	280 °C
Нижняя ловушка	40 °C
Время:	
Термостатирование	20 мин
Герметизация	1,0 мин
Отбор пробы	0,5 мин
ГХ-цикл	18,0 мин
Выброс пробы	0,04 мин
Удерживание	2,0 мин
Сушка	3,0 мин
Выделение	0,1 мин
Распад	0,8 мин
Давление:	
Колонка	30 psi
Ячейка	45 psi
Выделение	30 psi

Swafer

Установка: после 15 м колонки

Тип конфигурации: D4

Функция: Обратная вспышка (back flash)

ГХ -параметры
 Аналитическая
 колонка:
 Газ-носитель:
 Температура
 впрыскивания:
 Детектор:
 Температура
 детектора:
 Температурный
 режим:

DB-624 ; 60 м x 320 мкм x 1,80 мкм
 Азот
 180°C
 ПИД
 280°C

	Скорость нагрева [°C/мин]	Температура [°C]	Время [мин]
Начальный этап		40	4,5
Подъем температуры (Ramp A)	25	200	2,6

Примечание:

Вместо описанных выше разделительных колонок и температурных режимов могут использоваться другие типы колонок и другие температурные режимы. Сигналы анализируемых веществ должны быть отделены от других матричных составляющих и формы пиков должны соответствовать приведенным на рисунках 1-3.

Чувствительность детектирования измерительной системы может быть адаптирована путем изменения количества впрыскиваемой пробы и деления потока.

Все изменения, внесенные в данную методику, должны быть отображены в аналитическом отчете.

5.2 Приготовление стандартных растворов

1 г этиленоксида взвешивают в мерной колбе объемом 100 мл на аналитических весах и добавляют воду до 100 г. Стандартные растворы следующих концентраций получают путем соответствующего разбавления исходного раствора водой: 1,0; 0,5; 0,2; 0,1 и 0,05 ppm этиленоксида. Разбавленные растворы должны быть свежеприготовленными, стандартный раствор может храниться в холодильнике до 2-х недель.