

---

ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
(ЕАСС)

EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION  
(EASC)

---



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ

ГОСТ

*(проект, RU,  
первая  
редакция)*

---

Продукция, предназначенная для детей и подростков.

**ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ  
НЕКОТОРЫХ ЛЕТУЧИХ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ В ВОДЕ И  
ВОДНЫХ ВЫТЯЖКАХ ИЗ МАТЕРИАЛОВ РАЗЛИЧНОГО СОСТАВА**

Настоящий проект стандарта  
не подлежит применению до его принятия

Москва  
Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации  
202

## **Предисловие**

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

### **Сведения о стандарте**

1 РАЗРАБОТАН Ассоциацией предприятий индустрии детских товаров «АИДТ» (Ассоциация «АИДТ») совместно с НИИ гигиены и охраны здоровья детей и подростков ФГАУ «НМИЦ здоровья детей» Минздрава России

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от \_\_\_\_\_ № \_\_\_\_\_ )

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств*

*публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.*

*В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты».*

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств.

## **Содержание**

1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Сущность метода	3
4	Требования безопасности и охраны окружающей среды	4
5	Требования к квалификации операторов	4
6	Требования к условиям выполнения измерений	4
7	Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы	6
8	Подготовка к выполнению измерений	9
9	Идентификация определяемых веществ на двух каналах детекторов	162
10	Отбор пробы воды	183
11	Приготовление водной вытяжки	194
12	Подготовка пробы для анализа	16
13	Выполнение измерений	237
14	Обработка результатов измерений	247
15	Проверка приемлемости результатов параллельных определений	247
16	Требования к показателям точности измерения	17
17	Форма представления результатов измерений	
258		
18	Контроль качества результатов измерений	19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

Продукция, предназначенная

для детей и подростков.

ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕКОТОРЫХ ЛЕТУЧИХ  
ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ В ВОДЕ И ВОДНЫХ ВЫТЯЖКАХ ИЗ МАТЕРИАЛОВ  
РАЗЛИЧНОГО СОСТАВА

---

Дата введения --

**1 Область применения**

Настоящий стандарт устанавливает порядок применения метода капиллярной газовой хроматографии для определения содержания гексана, гептана, ацетальдегида, ацетона, метилацетата, этилацетата, метанола, изопропанола, акрилонитрила, н-пропанола, н-пропилацетата, бутилацетата, изобутанола, н-бутанола, бензола, толуола, этилбензола, м-, о- и п-ксилолов, изопрропилбензола, стирола, α-метилстирола в водных вытяжках из материалов различного состава, в воде хозяйственно-питьевого водоснабжения, воде расфасованной в емкости в диапазоне концентраций: 0,005-0,1 мг/дм<sup>3</sup> для ароматических углеводородов, гексана, гептана, 0,01 – 0,1 мг/дм<sup>3</sup> для акрилонитрила и 0,05-1,0 мг/дм<sup>3</sup> для кислородсодержащих соединений.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.0.004 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда (ССБТ).  
Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.1.030 Система стандартов безопасности труда.  
Электробезопасность. Защитное заземление. Зануление

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника  
для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 1770 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки,  
колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 31861-2012 Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ 4166-76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 5955-75 Реактивы. Бензол. Технические условия

ГОСТ 5789-78 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 6709<sup>1</sup> Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6995-77 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

ГОСТ 22300-76 Реактивы. Эфиры этиловый и бутиловый уксусной кислоты.  
Технические условия

ГОСТ 22967 Шприцы медицинские инъекционные многократного  
применения. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 29227 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные.  
Часть 1. Общие требования.

ГОСТ OIML R 111-1-2009 Государственная система обеспечения единства  
измерений. Гири классов E, E, F, F, M, M, M, M и M. Часть 1. Метрологические и  
технические требования

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства  
измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и  
технические требования. Испытания

ГОСТ Р 51318.14.1-99 Совместимость технических средств  
электромагнитная. Радиопомехи промышленные от бытовых приборов,  
электрических инструментов и аналогичных устройств. Нормы и методы испытаний

ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия

---

<sup>1</sup> \* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144-2018.

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого документа с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

### **3 Сущность метода**

Методика основана на определении содержания гексана, гептана, ацетальдегида, ацетона, метилацетата, этилацетата, метанола, изо-пропанола, акрилонитрила, н-пропанола, н-пропилацетата, бутилацетата, изо-бутанола, н-бутанола, бензола, толуола, этилбензола, м-, о- и п-ксилолов, изопропилбензола, стирола, α-метилстирола в водных вытяжках из материалов различного состава, воде хозяйственно-питьевого водоснабжения, воде расфасованной в емкости методом капиллярной газовой хроматографии с использованием пламенно-ионизационных детекторов (ПИД).

Измерение концентраций летучих органических соединений (ЛОС) основано на извлечении их из воды одноразовой газовой экстракцией при нагревании пробы в замкнутом объеме и последующем анализе равновесной паровой фазы на двух параллельных кварцевых капиллярных колонках, идентификации веществ по их временам удерживания и количественному определению методом абсолютной градуировки с помощью пламенно-ионизационных детекторов.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы и границы диапазона измерения концентраций указаны в таблице 1.

Таблица 1

пп	Вещество	Диапазон измеряемых концентраций, мг/дм <sup>3</sup>	Нижний предел измерения в объеме пробы, мкг
1	Гексан	0,005-0,1	0,025
2	Гептан	0,005-0,1	0,025
3	Бензол	0,005-0,1	0,025
4	Толуол	0,005-0,1	0,025
5	Этилбензол	0,005-0,1	0,025
6	м-Ксилол	0,005-0,1	0,025
7	о-Ксилол	0,005-0,1	0,025
8	п-Ксилол	0,005-0,1	0,025
9	изо-Пропилбензол	0,005-0,1	0,025
10	Стирол	0,005-0,1	0,025
11	Метилстирол	0,005-0,1	0,025
12	Акрилонитрил	0,01-0,1	0,04
13	Ацетальдегид	0,05-1,0	0,2
14	Ацетон	0,05-1,0	0,2
15	Метилацетат	0,05-1,0	0,2
16	Этилацетат	0,05-1,0	0,1
17	Метанол	0,05-1,0	0,25
18	изо-Пропанол	0,05-1,0	0,25
19	Бутилацетат	0,05-1,0	0,05
20	н-Пропанол	0,05-1,0	0,25
21	н-Пропилацетат	0,05-1,0	0,05
22	изо-Бутанол	0,05-1,0	0,25
23	н-Бутанол	0,05-1,0	0,25

Продолжительность проведения хроматографического анализа составляет 39 минут.

#### **4 Требования безопасности и охраны окружающей среды**

При выполнении измерений соблюдают следующие требования:

–помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009;

–при выполнении измерений соблюдают требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007;



–помещение, в котором проводятся измерения, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией;

–содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных в ГОСТ 12.1.005;

–при выполнении измерений с использованием газового хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019 и инструкцией по эксплуатации прибора;

–газовый хроматограф должен быть снабжен устройством для заземления, соответствующим требованиям ГОСТ 12.2.007.0, ГОСТ 12.1.030;

–организацию обучения работников технике безопасности труда проводят по ГОСТ 12.0.004;

–при использовании и эксплуатации сжатых, сжиженных и растворенных газов в процессе анализа требуется соблюдать правила безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, утвержденные в установленном порядке.

- при установке, монтаже и эксплуатации хроматографа следует соблюдать «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением (ПБ-03-576-03)», утвержденные Госгортехнадзором России 11.06.2003г. № 91.

## **5 Требования к квалификации операторов**

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица, квалификация которых обеспечивает высокий уровень выполнения всех операций и правил, предусмотренных настоящим стандартом и имеющих опыт работы на газовом хроматографе.

## **6 Требования к условиям выполнения измерений**

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

–температура окружающего воздуха –  $(20 \pm 5)$  °С;

–атмосферное давление – от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт.ст.);

–относительная влажность воздуха – не более 80 %;

–выполнение измерений производят в условиях, рекомендованных технической документацией к приборам (газовый хроматограф, компрессор воздушный, генератор водорода).

- напряжение питающей сети –  $(220\pm 22)$  В;
- частота переменного тока в сети питания –  $(50\pm 1)$  Гц.

## **7 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы**

### **7.1 Средства измерений**

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений:

Хроматограф газовый с двумя пламенно-ионизационными детекторами (ПВД) с пределом детектирования  $5 \times 10^{-12}$  г/с, предназначенный для работы с капиллярными колонками и программное обеспечение

Микрошприцы, вместимостью: 1 мм<sup>3</sup>, 5 мм<sup>3</sup>, 50 мм<sup>3</sup>, 100 мм<sup>3</sup>

Шприцы медицинские вместимостью 10 см<sup>3</sup>, цельностеклянные по ГОСТ 22967

Весы лабораторные аналитические, наибольший предел взвешивания 200г, предел допустимой погрешности  $\pm 0,0001$  г по ГОСТ OIML R 76-1

Меры массы по ГОСТ OIML R 111-1- 09

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 29227

Колбы мерные вместимостью 50, 100, см<sup>3</sup>,

Цилиндры мерные по ГОСТ 1770

Барометр-анероид с диапазоном измерения атмосферного давления 80-106 кПа (600-800 мм рт.ст) и с пределом допустимой погрешности  $(1\pm 2,5)$  мм.рт.ст

### **7.2 Вспомогательные устройства**

При выполнении измерений применяют следующие вспомогательные устройства:

Дозатор равновесного пара (ДРП) из комплекта хроматографа  
Фильтр\* из комплекта хроматографа для очистки газовых потоков, питающих хроматограф, с расходом очищаемого воздуха не более 600 мл/мин

Кварцевая капиллярная колонка (№1) длиной 60 м, внутренним диаметром 0.53 мм, со слоем неподвижной жидкой фазы полиэтиленгликоль 20 000 толщиной 1,0 мкм.

Кварцевая капиллярная колонка (№2) длиной 60 м, внутренним диаметром 0.53 мм, со слоем неподвижной жидкой фазы – 6% цианопропилфенил - 94% диметилполисилоксан толщиной 3,0 мкм

Деактивированный (полярный) соединительный кварцевый капилляр длиной 3 м, внутренним диаметром 0,53 мм

Универсальный Y-коннектор для соединения капиллярных колонок с внешним диаметром от 0,25 до 0,53 мм

Клей полиимидный для склеивания капиллярных колонок

Колбы конические вместимостью 100, 250, см<sup>3</sup> со шлифом <sup>29</sup>/<sub>32</sub> по ГОСТ 1770

Флаконы стеклянные вместимостью 20 см<sup>3</sup>, для парофазного анализа

Установка обратноосмотическая с баком-накопителем вместимостью 80 дм<sup>3</sup>, с фильтрами: микрофильтрационным, угольными, обратноосмотическим

Дистиллятор из нержавеющей стали без бака-накопителя, производительностью 2 л/ч

Генератор водорода, производительность – 10 л/ч, давление – 140 кПа

Компрессор воздушный

Баллонный регулятор давления (гелиевый)

Ванна ультразвуковая

Гелий газообразный (сжатый), вч, марки «5.5»

\*Применение фильтра для очистки воздуха позволяет уменьшить уровень фонового тока ПИД в два раза с 8 мВ до 4 мВ.

### **7.3 Реактивы**

При выполнении измерений применяют следующие материалы и реактивы:

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709

Вода дистиллированная для приготовления градуировочных растворов и водных вытяжек

Ацетальдегид, хч, для хроматографии с содержанием основного вещества не менее 99,5

Ацетон, хч, для хроматографии с содержанием основного вещества не менее 99,5

Метилацетат, хч, для хроматографии с содержанием основного вещества не менее 99,5

Этилацетат, хч, для хроматографии по ГОСТ 22300

Метанол, хч, для хроматографии по ГОСТ 6995

Изо-Пропанол, хч, для хроматографии с содержанием основного вещества не менее 99,5

Бензол, хч, для хроматографии по ГОСТ 5955

Акрилонитрил, аналитический стандарт с содержанием основного вещества не менее 99,5%

н-Пропанол, хч, для хроматографии с содержанием основного вещества не менее 99,5%

н-Пропилацетат, хч, для хроматографии с содержанием основного вещества не менее 99,0%

Толуол, хч, для хроматографии по ГОСТ 5789

Бутилацетат, хч, для хроматографии по ГОСТ 22300

изо-Бутанол, хч, для хроматографии с содержанием основного вещества не менее 99,5%

Этилбензол, хч, для хроматографии с содержанием основного вещества не менее 99,5%

о-Ксилол, хч, для хроматографии с содержанием основного вещества не менее 99,5%

п-Ксилол, хч, для хроматографии с содержанием основного вещества не менее 99,5%

м-Ксилол, хч, для хроматографии с содержанием основного вещества не менее 99,5%

н-Бутанол, хч, для хроматографии с содержанием основного вещества не менее 99,5%

Изопропилбензол (кумол), хч, для хроматографии с содержанием основного вещества не менее 99,5%

Стирол, аналитический стандарт с содержанием основного вещества не менее 99,5%

Метилстирол, аналитический стандарт с содержанием основного вещества не менее 98,0%

Гексан, хч, для хроматографии с содержанием основного вещества не менее 99,5%

Гептан, хч, для хроматографии с содержанием основного вещества не менее 99,5%

Натрий серноокислый безводный, хч по ГОСТ 4166

Примечание – Допускается применение других типов средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов, материалов, обеспечивающих показатели качества измерений, нормируемые по настоящему стандарту.

## **8 Подготовка к выполнению измерений**

### **8.1 Подготовка хроматографа и дозатора равновесного пара**

Подготовку хроматографа и дозатора равновесного пара проводят в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

### **8.2 Подготовка капиллярных колонок**

Перед установкой каркасов с капиллярными колонками и соединительного капилляра в термостат колонок с помощью полиимидного клея склеивают капиллярные колонки, универсальный Y-коннектор и соединительный капилляр. Технология склеивания и режим последующей термической обработки системы приведены в инструкции по эксплуатации полиимидного клея и универсального Y-коннектора.

Систему из склеенных кварцевых капиллярных колонок, Y-коннектора и соединительного капилляра предварительно кондиционируют, не соединяя выходные концы колонок с детекторами ( $T_{дет.} = 250 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ), нагревая в термостате хроматографа с программированием температуры от  $50 \text{ }^{\circ}\text{C}$  до  $230 \text{ }^{\circ}\text{C}$  со скоростью  $10 \text{ }^{\circ}\text{C}/\text{мин}$  и выдерживая при конечной температуре в течение 2 ч. Входы капиллярных колонок в детекторы при этом заглушают графитовыми муфтами из комплекта ЗИП хроматографа. После охлаждения термостата колонок хроматографа выходные концы колонок подсоединяют к пламенно-ионизационным детекторам. После подсоединения колонок к детекторам проверяют герметичность соединений и устанавливают необходимый режим работы хроматографа.

### **8.3 Подготовка посуды**

Посуду, используемую для приготовления градуировочных растворов, водных вытяжек, отбора проб воды и парофазного анализа, тщательно моют с поверхностно-активным моющим средством. После этого посуду замачивают на 3-4 часа в свежеприготовленном 3%-ном растворе двухромово-кислого калия в серной кислоте и отмывают в проточной водопроводной воде. После

ополаскивания дистиллированной водой посуду сушат в сушильном шкафу при температуре 140 °С. После охлаждения посуды колбы закрывают притертыми пробками.

#### **8.4 Проверка чистоты газового тракта дозатора равновесного пара, хроматографа и дистиллированной воды**

Перед началом серии анализов следует убедиться в отсутствии следовых количеств анализируемых веществ в газовых магистралях ДРП и хроматографа при заглушенном обогреваемом трубопроводе, проведя холостой анализ, а также проверить чистоту газохроматографической системы в целом, проведя анализ дистиллированной воды для приготовления градуировочных растворов и водных вытяжек.

#### **8.5 Получение дистиллированной воды для приготовления градуировочных растворов и водных вытяжек**

Для приготовления градуировочных растворов и водных вытяжек из материалов необходимо использовать дистиллированную воду, не содержащую веществ, определяемых настоящей методикой. Дистиллированную воду получают в две стадии:

– очистка воды с помощью обратноосмотической установки, предназначенной для глубокого обессоливания водопроводной воды и ее очистки от органических растворенных веществ методом последовательной фильтрации через микрофильтрационный, два угольных, обратноосмотический фильтр и угольный блок-фильтр; производительность не менее 40 л/ч.

– перегонка воды, предварительно очищенной на обратноосмотической установке, с помощью дистиллятора из нержавеющей стали без бака-накопителя, производительностью 2 л/ч. Отбор дистиллированной воды производится в стеклянную тару с притертой пробкой или закручивающейся крышкой.

**Примечание** - Допускается применение иных систем очистки воды с аналогичными или лучшими характеристикам, обеспечивающих показатели качества измерений.

## 8.6 Приготовление градуировочных растворов

Приготовление градуировочных растворов можно провести двумя способами: весовым и объемным.

### 8.6.1. Приготовление исходных градуировочных растворов

Исходный раствор № 1 ацетальдегида, ацетона, метанола, изо-пропанола, н-пропанола, метилацетата, этилацетата, н-пропилацетата, н-бутилацетата, изо-бутанола, н-бутанола ( $c = 1 \text{ мг/см}^3$ ). По 100 мг ацетальдегида, ацетона, метанола, изо-пропанола, н-пропанола, метилацетата, этилацетата, н-пропилацетата, бутилацетата, изо-бутанола, н-бутанола вносят в одну мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , доводят уровень дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают, используя ультразвуковую ванну. Срок хранения исходного раствора № 1 - 1 неделя при  $4 - 8 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Исходный раствор № 2 гексана, гептана, бензола, толуола, этилбензола, п-, м- и о-ксилолов, изопропилбензола, стирола,  $\alpha$ -метилстирола, акрилонитрила ( $c = 1 \text{ мг/см}^3$ ). По 100 мг гексана, гептана, бензола, толуола, этилбензола, п-, м-, о-ксилола, изо-пропилбензола, стирола,  $\alpha$ -метилстирола, акрилонитрила вносят в одну мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , доводят уровень метиловым спиртом до метки и тщательно перемешивают, используя ультразвуковую ванну. Срок хранения исходного раствора № 2 - 1 месяц при  $4 - 8 \text{ }^\circ\text{C}$ .

### 8.6.2. Приготовление рабочих градуировочных растворов

Градуировочные растворы ацетальдегида, ацетона, метанола, изо-пропанола, н-пропанола, н-пропилацетата, изо-бутанола, н-бутанола, метилацетата, этилацетата, бутилацетата готовят в мерных колбах вместимостью  $100 \text{ см}^3$ . Для этого в каждую мерную колбу вместимостью  $100 \text{ см}^3$ , вносят исходный раствор №1 в соответствии с таблицей 2, доводят объем охлажденной до  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 2 - Растворы для установления градуировочных характеристик при определении концентраций ацетальдегида, ацетона, метилацетата, этилацетата, н-пропилацетата, бутилацетата, метанола, изо-пропанола, н-пропанола, изо-бутанола, н-бутанола

Номер раствора	1	2	3	4	5	6
Объем исходного раствора №1 ( $c=1\text{мг/ см}^3$ ),	5	10	20	30	50	100

мм <sup>3</sup>						
Концентрация вещества в воде, (мг/дм <sup>3</sup> )	0,05	0,1	0,2	0,3	0,5	1,0

Градуировочные растворы гексана, гептана, ароматических углеводородов и акрилонитрила готовят в мерных колбах вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Для этого микрошприцем вносят в каждую колбу исходный раствор № 2 в соответствии с таблицей 3, доводят объем до метки охлажденной до 20 °С дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Таблица 3 - Растворы для установления градуировочных характеристик при определении концентраций гексана, гептана, акрилонитрила и ароматических углеводородов

Номер раствора	1	2	3	4	5	6
Объем исходного раствора № 2 (с=1 мг/см <sup>3</sup> ), мм <sup>3</sup>	0,5	1,0	2,0	3,0	5,0	10,0
Концентрация вещества в воде, мг/дм <sup>3</sup>	0,005	0,01	0,02	0,03	0,05	0,10

### 8.7 Установление градуировочных характеристик

Для количественного определения веществ используется метод абсолютной градуировки, который связывает площадь пика на хроматограмме, полученную в результате дозирования в хроматограф равновесного пара искомого соединения, с концентрацией определяемого вещества в анализируемом водном растворе.

Градуировочные характеристики устанавливаются с помощью градуировочных растворов определяемых веществ в воде. Они выражают зависимость площади пика (мВ·с) от концентрации раствора (мг/дм<sup>3</sup>) каждого вещества и строятся по 6 сериям градуировочных растворов.

Градуировку хроматографа проводят сначала с помощью градуировочных растворов, приготовленных из исходного раствора № 1 (градуировка № 1), а затем с помощью градуировочных растворов, приготовленных из исходного раствора № 2 (градуировка № 2). Раздельная градуировка необходима для того, чтобы отградуировать хроматограф по метанолу.

Для создания окончательного варианта методики создается градуировочный раствор, содержащий все определяемые вещества (градуировка № 3), а в графу «Градуировочный коэффициент» для метанола вставляется численное значение



коэффициента из градуировки № 1.

Условия выполнения измерений содержания веществ в пробе и в градуировочных растворах должны быть одинаковы.

По 10 см<sup>3</sup> каждого градуировочного раствора помещают в стеклянный флакон, содержащий 2 г безводного сернистого натрия, герметизируют специальной крышкой из комплекта ДРП, помещают флакон в водяной термостат ДРП.

Для каждого вещества определяют соотношение между концентрацией введенного вещества (мг/дм<sup>3</sup>) и соответствующей ей площадью (мВ·с) пика на хроматограмме. Угол наклона градуировочного графика в области линейного диапазона является коэффициентом отклика детектора анализируемого компонента.

Градуировочные графики представляют собой прямую линию и могут быть изображены графически или описаны уравнением регрессии:

$$A_{cm} = b_{cm}C_{cm} + C_{cm}, \text{ где}$$

$A_{cm}$  - площадь пика анализируемого вещества на хроматограмме градуировочного раствора, мВ·с;

$C_{cm}$  - концентрация анализируемого вещества в градуировочном растворе, мг/дм<sup>3</sup>;

$b_{cm}$  - тангенс угла наклона градуировочного графика, мВ·с/мг/дм<sup>3</sup>;

$C_{cm}$  - длина отрезка, отсекаемого градуировочным графиком на оси ординат, мВ·с.

Если градуировочный график проходит через начало координат, то величина  $C_{cm}$  равна нулю.

Для построения градуировочной характеристики, выражающей зависимость площади пика на хроматограмме от концентрации вещества, берут среднюю величину из пяти измерений одной концентрации.

Значение концентрации каждого из определяемых веществ, найденного в анализируемой пробе, не может учитываться, если оно меньше минимальной концентрации этого вещества, применяющейся для градуировки или больше максимальной концентрации этого вещества. В последнем случае следует разбавить исследуемую пробу и провести новый анализ водного раствора.

По окончании времени термостатирования вводят иглу трубопровода отбора пробы во флакон и одновременно нажимают клавишу «Старт» на хроматографе.

При этом ДРП переходит на этап работы «Наддув», в течение которого давление в трубопроводе и флаконе повышается до давления наддува. По истечении времени наддува открывается клапан сброса и происходит отбор пробы. По окончании отбора пробы хроматограф переходит на этап работы «Анализ», который совершается при следующих условиях:

**Условия работы дозатора равновесного пара:**

Время термостатирования контейнера с пробой	30 мин;
Температура термостата контейнера с пробой	80 °С;
Время наддува контейнера	5 мин;
Избыточное давление в контейнере (давление наддува)	0,07 МПа;
Температура крана-дозатора	135 °С;
Время отбора пробы	10-12 сек;
Объем вводимой дозы равновесного пара	2,0 см <sup>3</sup> .
<b>Условия проведения газохроматографического анализа:</b>	
Температура детектора (ПИД)	250 °С;
Температура испарителя	250 °С;
<b>Для капиллярных колонок:</b>	
Температура первого изотермического участка	45 °С;
Длительность первого изотермического участка	7 мин;
Скорость программирования температуры	5°С/мин;
Температура второго изотермического участка	180 °С;
Длительность второго изотермического участка	0 мин;
Скорость программирования температуры	20 °С/мин;
Температура третьего изотермического участка	220 °С;
Длительность третьего изотермического участка	3 мин;
Линейная скорость газа-носителя (гелия)	70 см/с;
Суммарный расход газа-носителя (гелий) через две колонки	12,0 см <sup>3</sup> /мин;
Давление на входе в капиллярную колонку	52,6 кПа;
Сброс газа-носителя	8 см <sup>3</sup> /мин;
Поддув газа-носителя (2 ПИД)	40 см <sup>3</sup> /мин;
Расход водорода (2 ПИД)	40 см <sup>3</sup> /мин;
Расход воздуха (2 ПИД)	400 см <sup>3</sup> /мин;

Высота окна снятия хроматограммы (для концентраций 0,1 мг/дм <sup>3</sup> и ниже)	10 мВ;
Общее время анализа	39 мин;

Времена удерживания (мин) веществ на первой колонке (№1):

гексана	3,781;
гептана	4,214;
ацетальдегида	4,373;
ацетона	5,786;
метилацетата	5,979;
этилацетата	7,401;
метанола	7,777;
изо-пропанола	8,679;
бензола	9,173;
н-пропилацетат	10,283;
акрилонитрила	11,119;
н-пропанола	12,619;
толуола	12,705;
бутилацетата	13,750;
изо-бутанола	14,454;
этилбензола	15,749;
п-ксилола	16,004;
м-ксилола	16,264;
н-бутанола	16,272;
изо-пропилбензола	17,305;
о-ксилола	17,788;
стирола	20,133;
α-метилстирола	22,270.

Времена удерживания (мин) веществ на второй колонке (№2):

ацетальдегида	5,665;
метанола	6,121;
ацетона	9,024;
изо-пропанола	9,415;

метилацетата	9,771;
акрилонитрила	10,817;
гексана	11,413;
н-пропанола	12,396;
этилацетата	13,523;
изо-бутанола	15,438;
бензола	15,665;
гептана	16,168;
н-бутанола	17,135;
н-пропилацетата	18,258;
толуола	20,531;
бутилацетата	22,471;
этилбензола	24,476;
м- и п-ксилолов	24,780;
стирола	25,894;
о-ксилола	25,894;
изо-пропилбензола	26,833;
α-метилстирола	29,111.

Через одну минуту после перехода хроматографа в режим «Анализ» вынуть иглу трубопровода отбора пробы из флакона с анализируемой пробой и оставить его открытым для продувки трубопровода и иглы от остатков воды и пробы.

## **9 Идентификация определяемых веществ на двух каналах детекторов**

Идентификация компонентов на двух каналах детекторов применяется для более надежной и достоверной идентификации при анализе многокомпонентных проб, когда одного параметра - времени удерживания компонента на одной колонке - недостаточно.

Идентификация каждого компонента пробы проводится по двум параметрам: 1) «Название вещества»; 2) «Номер детектора». Пик на первом канале (ПВД-1) имеет статус «Основной». Пик на втором канале (ПВД-2) имеет статус «Подтверждающий».

Для проведения идентификации веществ на двух каналах создаются компоненты с одинаковым именем на каждом канале детектора. При этом в столбце

«Идентификация» для компонента на первом канале устанавливается признак «Основной» а на втором – «Подтверждающий». Если для компонента не создается одноименный компонент на втором канале, его идентификация будет проведена по обычному алгоритму.

При интерпретации хроматограмм, необходимо соблюдать следующие правила:

- времена удерживания компонентов должны указываться максимально точно (три знака после запятой). Окна поиска должны быть небольшие (1% или меньше) с целью минимизации временных областей поиска, в которых возможно присутствие двух или более компонентов;

- признак «Основной» для компонента следует выбирать на том канале, где этот компонент лучше отделяется от других анализируемых веществ и посторонних пиков. На втором канале, где пересечение областей поиска с другими компонентами более вероятно, данный компонент будет носить признак «Подтверждающий»;

- если различие заданного времени удерживания двух компонентов от реального времени удерживания пика одинаково, предпочтение в идентификации будет отдано компоненту с меньшим окном поиска. Это может быть использовано оператором, как искусственный прием, например, если присутствие одного компонента в анализируемой пробе более вероятно, чем второго в соответствии с рецептурой исследуемого материала. Для использования этого приема, двум близко элюируемым компонентам назначается одинаковое время удерживания и незначительно отличающиеся окна поиска (например, 1% и 0.8%).

Первичную идентификацию веществ, содержащихся в анализируемой пробе, на каждом канале программа проводит путем сравнения времени удерживания каждого определяемого компонента, полученного на каждой колонке, с усредненным временем удерживания вещества, полученным на каждой капиллярной колонке при градуировке, и содержащимся на странице «Компоненты» в файле созданной методики. Окончательный этап идентификации оператор проводит самостоятельно. Процесс идентификации заключается в сравнении времен удерживания веществ, идентифицированных программой, со временами удерживания веществ, содержащимися в таблице 4. При этом необходимо внимательно следить за тем, чтобы площади пиков, соответствующие одному веществу на разных каналах, были близки друг к другу.

Таблица 4 - Время удерживания веществ на двух параллельных капиллярных колонках (создается на этапе воспроизведения методики)

Колонка № 1		Колонка № 2	
Название вещества	Времена удерживания (мин)	Название вещества	Времена удерживания (мин)
Гексан	3,781	Гексан	11,413
Гептан	4,214	Гептан	16,168
Ацетальдегид	4,373	Ацетальдегид	5,665
Ацетон	5,786	Ацетон	9,024
Метилацетат	5,979	Метилацетат	9,771
Этилацетат	7,401	Этилацетат	13,523
Метанол	7,777	Метанол	6,121
Изо-пропанол	8,679	Изо-пропанол	9,415
Бензол	9,173	Бензол	15,665
н-Пропилацетат	10,283	н-Пропилацетат	18,258
Акрлонитрил	11,119	Акрлонитрил	10,817
н-Пропанол	12,619	н-Пропанол	12,396
Толуол	12,705	Толуол	20,531
Бутилацетат	13,750	Бутилацетат	22,471
Изо-бутанол	14,454	Изо-бутанол	15,438
Этилбензол	15,749	Этилбензол	24,476
п-Ксилол	16,004	п-Ксилол	24,780
м-Ксилол	16,264	м-Ксилол	24,780
н-Бутанол	16,272	н-Бутанол	17,135
изо-Пропилбензол	17,305	изо-Пропилбензол	26,833
о-Ксилол	17,788	о-Ксилол	25,894
Стирол	20,133	Стирол	25,894
α-Метилстирол	22,270	α-Метилстирол	29,111

На первой колонке со слоем неподвижной жидкой фазы (НЖФ) полиэтиленгликоль 20000 определению этилацетата мешает винилацетат, метанола - изо-пропилацетат, бензола - этанол (в больших количествах), н-бутанола - м-ксилол.

На второй колонке со слоем НЖФ (6%- цианопрпропилфенил -94%- метилполисилоксан) определению изо-пропанола мешает ацетонитрил (в больших количествах), н-пропанола - толуол, а изо-бутанола – бензол (в больших количествах), пара веществ м- и п-ксилолы, а также пара стирол и о-ксилол выходят одним пиком.

## 10 Отбор пробы воды

При отборе проб воды следует руководствоваться:

ГОСТ 31861-2012 «Вода. Общие требования к отбору проб».

Воду отбирают в чистые емкости предпочтительно из коричневого стекла с завинчивающимися крышками и прокладками из политетрафторэтилена.

Емкость полностью заполняется водой таким образом, чтобы между тефлоновым уплотнением при герметично закрытой крышке и водой отсутствовал воздух. Срок хранения пробы - не более одних суток в герметично закрытой стеклянной таре, заполненной под пробку, при температуре +4-8<sup>0</sup>С в месте, защищенном от света. Если проба воды хранилась в холодильнике, то перед анализом ее надо выдержать 2 часа при комнатной температуре.

### **11 Приготовление водной вытяжки**

До проведения исследований все образцы продукции (кроме подгузников) выдерживают в открытом виде (без упаковки) при комнатной температуре и естественном воздухообмене не менее 24 ч. Образцы из полимерных материалов и резины тщательно промывают водой при температуре 37<sup>0</sup>С (без применения моющих средств), прополаскивают дистиллированной водой и просушивают при комнатной температуре. Соски промывают с 15 мин. кипячением. Водную вытяжку из материалов различного состава и назначения готовят следующим образом:

#### **11.1 Соски, соски пустышки, прорезыватели**

Образец замачивают в дистиллированной воде при соотношении площади поверхности изделия (см<sup>2</sup>) к объему модельной среды (см<sup>3</sup>) 1:1. Затем помещают закрытую колбу в термостат при температуре (40 ± 2) °С на 24 ч.

В дополнении к дистиллированной воде испытания проводят в модельных средах с рН 4 и рН 9

#### **11.2 Посуда и столовые приборы**

Основная модельная среда - дистиллированная вода. Образец замачивают при соотношении площади поверхности изделия (см<sup>2</sup>) к объему модельной среды (см<sup>3</sup>) 1:1 или по объему и выдерживают в закрытой емкости..

Время выдержки: если время контакта пищевого продукта с изделием не превышает 10 минут, экспозиция при исследовании – 2 часа;

если время контакта пищевого продукта с изделием не превышает 2 часов, экспозиция при исследовании – 1 сутки;

если время контакта пищевого продукта с изделием от 2 до 48 часов, экспозиция при исследовании – 3 суток;

если время контакта пищевого продукта с изделием свыше 48 часов, экспозиция при исследовании – 10 суток.

Температурные режимы: изделия, предназначенные для контакта с пищевыми продуктами при температуре окружающей среды, заливают дистиллированной водой (модельным раствором) комнатной температуры;

изделия, предназначенные для контакта с горячей пищей, заливают нагретой до 80<sup>0</sup>С дистиллированной водой (модельным раствором) и далее выдерживают при комнатной температуре в течение вышеуказанного времени;

формы для выпечки хлеба, ветчины и т. д. заливают кипящим модельным раствором (дистиллированной водой), закрывают крышкой и кипятят в течение часа.

### **11.3 Изделия санитарно-гигиенические и галантерейные (ножницы, расчески, щетки и др.)**

Образец замачивают в дистиллированной воде при соотношении площади поверхности изделия (см<sup>2</sup>) к объему модельной среды (см<sup>3</sup>) 1:2 или 1 г на 10 см<sup>3</sup> (при невозможности подсчитать площадь, например, щетина). Затем помещают закрытую колбу в термостат при температуре (37 ± 2) °С и выдерживают 3 часа..

### **11.4 Зубные щетки, массажеры для десен и аналогичные изделия для ухода за полостью рта**

Образец замачивают в дистиллированной воде при соотношении площади поверхности изделия (см<sup>2</sup>) к объему модельной среды (см<sup>3</sup>) 1:1 или 1 г на 10 см<sup>3</sup> (для щетины). Затем помещают закрытую колбу в термостат при температуре (40 ± 2) °С и выдерживают 2 часа.

### **11.5 Подгузники**

Исследования подгузников проводят в водной вытяжке (дистиллированная вода) без разрушения при насыщенности 1 см<sup>2</sup>/см<sup>3</sup>, температуре (40 ± 2) °С в течение 3 часов или при температуре (20 ± 2) °С в течение 24 часов

### **11.6 Одежда из текстильных материалов**

Пробы, измельченные на кусочки размером (10 x 10) мм, помещают в колбу с притертой пробкой и заливают дистиллированной водой в соотношении: для одежды первого слоя, постельного белья – (1,0 ± 0,1) г на 50 см<sup>3</sup> воды; для одежды второго слоя, тяжелых махровых хлопчатобумажных тканей - (1,0 ± 0,1) г на 100 см<sup>3</sup> воды. Колбы с образцами выдерживают в термостате 1 час при температуре (40 ± 2) °С



### **11.7 Коляски**

Для текстильных материалов - пробы измельчают на кусочки размером (10 x 10) мм, помещают в колбу с притертой пробкой и заливают дистиллированной водой в соотношении  $(1,0 \pm 0,1)$  г на  $100 \text{ см}^3$  воды; для пластика – образец замачивают в дистиллированной воде при соотношении площади поверхности образца ( $\text{см}^2$ ) к объему воды ( $\text{см}^3$ ) 1:2. Колбы с образцами выдерживают в термостате 3 час при температуре  $(37 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C}$

### **11.8 Велосипеды, школьно-письменные принадлежности, игрушки**

Образцы замачивают в дистиллированной воде при соотношении площади поверхности изделия ( $\text{см}^2$ ) к объему воды ( $\text{см}^3$ ) 1:2 или 1 г на  $10 \text{ см}^3$  (при сложных конфигурациях или невозможности подсчитать их площадь). Затем помещают закрытую колбу в термостат при температуре  $(37 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C}$  и выдерживают 3 часа.

Велосипеды (детали велосипедов, имеющие непосредственный контакт с кожей ребенка).

### **11.9 Определение объема колбы\***

Для проведения расчета отношения площади исследуемого образца к объему воды необходимо знать объем используемой колбы ( $V_{\text{кол}}$ ), который определяют следующим образом: колбу до верхнего края шлифа заполняют водой, после этого колбу закрывают притертой пробкой так, чтобы под ней не было пузырьков воздуха. Объем оставшейся в колбе воды ( $V_{\text{кол}}$ ) измеряют мерным цилиндром.

\*объемы используемых колб разных фирм-производителей отличаются друг от друга, поэтому необходимо измерить объем хотя бы одной колбы из новой партии.

### **11.10 Подготовка пробы водной вытяжки из образцов, объемом которых можно пренебречь**

Водную вытяжку из материалов толщиной которых можно пренебречь (листы бумаги, полимерные пленки, ткани, тонкий картон и т.д.) готовят следующим образом: в колбу с притертой пробкой вместимостью 100 или  $250 \text{ см}^3$  (шлиф  $29/32$ ) помещают приготовленный исследуемый образец целый, если проходит в горловину колбы, или порезанный на полосы шириной 20 - 22 мм. Колбу полностью заполняют дистиллированной водой таким образом, чтобы после закрывания ее пробкой, в ней отсутствовали пузырьки воздуха. Картон и другие пористые

материалы содержат в своем объеме много воздуха, поэтому необходимо выждать время пока воздух не выйдет из объема образца.

### **11.11 Подготовка пробы водной вытяжки из образцов, объем которых соизмерим с объемом воды в колбе**

Если объем исследуемого образца соизмерим с объемом воды в колбе (при толщине образца больше 2 мм), то для нахождения необходимого соотношения между поверхностью образца и объемом воды в колбе решают систему из четырех уравнений с четырьмя неизвестными.

$$V_{\text{В}} + V_{\text{Об}} = V_{\text{Кол}}; \quad (1)$$

$$S_{\text{Об}} : V_{\text{В}} = x : y; \quad (2)$$

$$V_{\text{Об}} = a \times b \times h; \quad (3)$$

$$S_{\text{Об}} = 2 \times a \times b + 2 \times (a + b) \times h, \text{ где} \quad (4)$$

где,  $V_{\text{В}}$  - объем воды в колбе, см<sup>3</sup>;

$V_{\text{Об}}$  - объем образца в колбе, см<sup>3</sup>;

$V_{\text{Кол}}$  - объем используемой колбы, см<sup>3</sup> (см. п. 11.1.);

$S_{\text{Об}}$  - искомая поверхность образца, см<sup>2</sup>;

$S_{\text{Об}} : V_{\text{В}} = x : y$  - численное значение отношения величины поверхности образца к объему воды (заданное по методике пробоподготовки);

$a$  - длина образца, см (искомая величина);

$b = 2$  см - ширина образца, (постоянная произвольно заданная величина);

$h$  - толщина образца, см (измеряемая величина).

Для упрощения задачи исследуемый образец представляем в виде параллелепипеда длиной ( $a$ ) см, постоянной шириной 2 см (чтобы образец мог пройти в горловину колбы), толщиной ( $h$ ) см (измеряется при подготовке образца к анализу). При этом пренебрегаем численным значением площади торцов, образующихся при нарезании образца.

Решая систему уравнений (1-4), получаем выражение длины ( $a$ ) образца в виде:

$$a_{\text{Об}} = \frac{V_{\text{Кол}}}{2 \frac{y}{x} (b + h) + bh}. \quad (5)$$

Зная численное значение длины образца ( $a$ ) можно вычислить объем образца ( $V_{\text{Об}}$ ):

$$V_{\text{Об}} = a \times b \times h \quad (6)$$

и объем воды в колбе ( $V_B$ ):

$$V_B = (y : x) \times S_{об}, \text{ где} \quad (7)$$

$$S_{об} = 2 \times a \times b + 2 \times (a + b) \times h. \quad (8)$$

Получив, численное значение длины образца  $a$ , образец изделия нарезают на полоски необходимых размеров, помещают в колбу и заливают дистиллированной водой.

## **12. Подготовка пробы для анализа**

Объем пробы для анализа -  $10 \text{ см}^3$ . Для получения одного результата измерения отбирают две одинаковые пробы воды или водной вытяжки.

При отсутствии возможности немедленного газохроматографического анализа вода или водная вытяжка из материала (без исследуемого образца) хранится в стеклянной емкости с притертой пробкой, заполненной под пробку, в защищенном от света прохладном месте. Срок хранения пробы - не более 1 суток при температуре  $4 - 8 \text{ }^\circ\text{C}$ . Если проба воды хранилась в холодильнике, то перед анализом ее надо выдержать 2 часа при комнатной температуре.

## **13 Выполнение измерений**

После выхода хроматографа и дозатора равновесного пара на режим,  $10 \text{ см}^3$  пробы воды помещают во флакон и проводят все необходимые операции, описанные в п. 8.7. По окончании времени термостатирования вводят иглу трубопровода отбора пробы во флакон и одновременно нажимают клавишу «Старт» на панели хроматографа. По окончании хроматографического анализа производят определение времен удерживания, расчет площадей пиков, идентификацию и количественный расчет обнаруженных соединений на каждом канале.

Для получения результата измерений концентраций веществ проводят два анализа одной водной вытяжки.

Если значение концентрации одного или нескольких веществ превышает верхний предел диапазона градуировки хроматографа, то анализируемый раствор необходимо разбавить и провести анализ разбавленного раствора.

Каждый рабочий день перед проведением анализов пробы воды или водных вытяжек из исследуемых образцов необходимо проверять чистоту используемой для их приготовления дистиллированной воды и газохроматографической системы

в целом, проводя один анализ дистиллированной воды.

#### **14 Обработка результатов измерений**

Концентрацию (С) каждого определяемого вещества, содержащегося в пробе, рассчитывают по установленным в п. 8.7 индивидуальным градуировочным зависимостям.

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений.

Для обработки результатов хроматографического анализа используется программное обеспечение прибора.

#### **15 Проверка приемлемости результатов параллельных определений**

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости:

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq r, \quad (9)$$

где,  $X_1, X_2$ - результаты параллельных определений, мг/дм<sup>3</sup>;

$r$ - значение предела повторяемости (таблица 5).

При невыполнении условия выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и вновь выполняют анализ.

#### **16 Требования к показателям точности измерений**

При соблюдении всех регламентируемых условий проведения анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и ее составляющие) результатов измерения при доверительной вероятности  $P=0,95$  не превышает значений, приведенных в таблице 5 для соответствующих диапазонов концентраций.

Таблица 5 - Метрологические параметры

Определяемое вещество	Диапазон определяемых	Показатель точности (границы относительной)	Стандартное отклонение повторяемости и $\sigma_r$ , %	Предел повторяемости, $r$ , %	Предел воспроизводимости, $R$ , %
-----------------------	-----------------------	---	---	-------------------------------	-----------------------------------

		концентраций, мг/дм <sup>3</sup>	погрешности), ± δ, % при P=0,95			
1	Гексан	0,005 – 0,1	18,4	1,3	4	5
2	Гептан	0,005 – 0,1	23,9	1,4	4	6
3	Ацетальдегид	0,05 – 1,0	18,8	1,8	5	7
4	Ацетон	0,05 – 1,0	16,6	1,7	5	7
5	Метилацетат	0,05 – 1,0	16,9	1,8	5	7
6	Этилацетат	0,05 – 1,0	22,9	2,0	6	8
7	Метанол	0,05 – 1,0	14,0	2,9	8	11
8	изо-Пропанол	0,05 – 1,0	16,7	1,7	5	7
9	Акрилонитрил	0,01 – 0,1	24,8	2,2	6	8
10	н-Пропанол	0,05 – 1,0	17,2	1,9	5	7
11	н-Пропилацетат	0,05 – 1,0	20,6	1,6	4	6
12	Бутилацетат	0,05 – 1,0	22,1	1,3	4	5
13	изо-Бутанол	0,05 – 1,0	17,3	2,0	6	8
14	н-Бутанол	0,05 – 1,0	20,8	2,0	5	8
15	Бензол	0,005 – 0,1	19,3	1,4	4	5
16	Толуол	0,005 – 0,1	17,1	1,3	4	5
17	Этилбензол	0,005 – 0,1	21,0	1,4	4	6
18	м-Ксилол	0,005 – 0,1	17,4	1,2	3	5
19	о-Ксилол	0,005 – 0,1	24,1	1,3	4	5
20	п-Ксилол	0,005 – 0,1	20,6	1,5	4	6
21	изо-Пропилбензол	0,005 – 0,1	19,8	1,7	5	7
22	Стирол	0,005 – 0,1	21,2	1,7	5	6
23	α-Метилстирол	0,005 – 0,1	19,0	1,3	4	5

### 17 Форма представления результатов измерений

Результат анализа представляют в виде:

$$(\bar{X} \pm \Delta), \text{ мг/дм}^3, \text{ при вероятности } P = 0,95,$$

где,  $\bar{X}$  - среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/дм<sup>3</sup>;

$\Delta$  - граница абсолютной погрешности, мг/дм<sup>3</sup>;

$$\Delta = \frac{\delta \cdot \bar{X}}{100}, \quad (10)$$

где,  $\delta$  - границы относительной погрешности методики (показатель точности по диапазону концентраций, таблица 5), %.

Если содержание компонента меньше нижней границы диапазона определяемых концентраций, результат анализа представляют в виде:

"содержание вещества в пробе менее 0,005 мг/дм<sup>3</sup>" \*.

\* 0,005 мг/дм<sup>3</sup> предел обнаружения для ароматических углеводородов, гексана, гептана

## **18 Контроль качества результатов измерений**

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-1-6-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений». Проводится не реже одного раза в квартал, а также после ремонта хроматографа, при замене капиллярных колонок, чистке детектора и т.д. Частота контроля может быть увеличена при большой интенсивности работы прибора.

### **18.1. Контроль стабильности градуировочной характеристики.**

Контроль стабильности градуировочной характеристики (ГХ) проводят в начале каждой серии анализов. Измерения проводят на одном из градуировочных растворов (середина градуировочного диапазона).

Градуировочная характеристика считается стабильной, если для градуировочного раствора, используемого для контроля, сохраняется соотношение:

$$A = \frac{(X - C) \times 100}{C} \leq B, \quad (11)$$

где, X – концентрация вещества в пробе при контрольном измерении, мкг/см<sup>3</sup>;

C – известная концентрация градуировочного раствора веществ, взятая для контроля стабильности ГХ, мкг/см<sup>3</sup>;

B – норматив контроля стабильности ГХ, % (B = 14%, при P = 0,95);

Если величина расхождения (A) превышает норматив контроля стабильности ГХ, делают вывод о невозможности применения ГХ для дальнейших измерений. В этом случае выясняют и устраняют причины нестабильности ГХ. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики устанавливают ее заново согласно п. 8.7.

**18.2. Плановый внутрилабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводится методом добавок.**

Величина добавки  $C_{\delta}$  должна удовлетворять условию:

$$C_{\delta} \geq \Delta_{л,\bar{X}} + \Delta_{л,\bar{X}'}, \quad (12)$$

где,  $\pm \Delta_{л,\bar{X}} (\pm \Delta_{л,\bar{X}'})$  – характеристика погрешности (абсолютная погрешность) результатов анализа, соответствующая содержанию компонента в испытуемом образце (расчетному значению содержания компонента в образце с добавкой соответственно) мг/дм<sup>3</sup>, при этом:

$$\Delta_{л} = \pm 0,84 \Delta,$$

где  $\Delta$  - граница абсолютной погрешности, мг/дм<sup>3</sup>;

$$\Delta = \frac{\delta \cdot X}{100}, \text{ где}$$

$\delta$  - границы относительной погрешности методики (показатель точности по диапазону концентраций, таблица 5), %.

Контрольный параметр процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле:

$$K_k = \bar{X}' - \bar{X} - C_{\delta}, \quad (13)$$

где,  $\bar{X}'$ ,  $\bar{X}$ ,  $C_{\delta}$ , среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по п.15) содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце, концентрация добавки, соответственно, мг/дм<sup>3</sup>;

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta_{л,\bar{X}'}^2 + \Delta_{л,\bar{X}}^2} \quad (14)$$

Проводят сопоставление результата контроля процедуры ( $K_k$ ) с нормативом контроля ( $K$ ).

Если результат контроля процедуры удовлетворяет условию

$$|K_k| \leq K, \quad (15)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (15) процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (15) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

### **18.3. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости**

Расхождение между результатами измерений, выполненных в условиях воспроизводимости (разное время, разные операторы, разные лаборатории), не должно превышать предела воспроизводимости (R)

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \leq R, \quad (16)$$

где,  $X_1, X_2$  результаты измерений, выполненных в условиях воспроизводимости (разное время, разные операторы, разные лаборатории), мг/дм<sup>3</sup>;

R – предел воспроизводимости (в соответствии с диапазоном концентраций, таблица 5), %.



---

УДК 543.544.3:006.354

МКС 17.020

**Ключевые слова:** гексан, гептан, ацетальдегид, ацетон, метилацетат, этилацетат, метанол, изо-пропанол, акрилонитрил, н-пропанол, н-пропилацетат, бутилацетат, изо-бутанол, н-бутанол, бензол, толуол, этилбензол, м-, о- и п-ксилолы, изопропилбензол, стирол, α-метилстирол, водные вытяжки, газохроматографический метод

---

Президент Ассоциации предприятий  
индустрии детских товаров «АИДТ»



А.В.Цицулина