МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

**ГОСТ
35086—
2024**

ПРОДУКЦИЯ, ПРЕДНАЗНАЧЕННАЯ ДЛЯ ДЕТЕЙ И ПОДРОСТКОВ

Газохроматографическое определение некоторых летучих органических веществ в воде и водных вытяжках из материалов различного состава

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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 Федеральным государственным автономным учреждением «Национальный медицинский исследовательский центр здоровья детей» Министерства здравоохранения Российской Федерации (ФГАУ «НМИЦ здоровья детей» Минздрава России)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 181 «Игрушки и товары для детства»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 21 июня 2024 г. № 65-2024)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узбекское агентство по техническому регулированию

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 июля 2024 г. № 979-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 35086—2024 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 августа 2025 г.

5 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»

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2024

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 2
4 Требования безопасности и охраны окружающей среды 3
5 Требования к квалификации операторов 4
6 Требования к условиям выполнения измерений 4
7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы, материалы 4
8 Подготовка к выполнению измерений 5
9 Идентификация определяемых веществ на двух каналах детекторов 9
10 Отбор пробы воды 11
11 Приготовление водной вытяжки 11
12 Подготовка пробы для анализа 12
13 Выполнение измерений 12
14 Обработка результатов измерений 13
15 Проверка приемлемости результатов параллельных определений 13
16 Требования к показателям точности измерений 13
17 Предоставление результатов измерений 14
18 Контроль качества результатов измерений 14
Приложение А (справочное) Физико-химические свойства определяемых веществ 17
Приложение Б (справочное) Примеры хроматограмм градуировочных растворов 18
Приложение В (справочное) Определение объема колбы 22
Приложение Г (справочное) Блок-схема проведения анализа 23

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ПРОДУКЦИЯ, ПРЕДНАЗНАЧЕННАЯ ДЛЯ ДЕТЕЙ И ПОДРОСТКОВ

Газохроматографическое определение некоторых летучих органических веществ в воде и водных вытяжках из материалов различного состава

Products intended for children and teenagers. Gas chromatographic determination of some volatile organic substances in water and water extracts from materials of various composition

Дата введения — 2025—08—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод 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-ксилола, о-ксилола, п-ксилола, изопропилбензола, стирола, α-метилстирола в водных вытяжках из материалов различного состава, использующихся для изготовления игрушек, продукции для детей и подростков, в воде, в диапазоне массовых концентраций:

- для гексана, гептана и ароматических углеводородов (бензола, толуола, этилбензола, м-ксилола, о-ксилола, п-ксилола, изопропилбензола, стирола, α-метилстирола) — от 0,005 до 0,1 мг/дм^3 включительно;
- акрилонитрила — от 0,01 до 0,1 мг/дм^3 включительно;
- кислородсодержащих соединений (ацетальдегида, ацетона, метилацетата, этилацетата, метанола, изопропанола, бутилацетата, н-пропанола, н-пропилацетата, изобутанола, н-бутанола) — от 0,05 до 1,0 мг/дм^3 включительно.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные 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. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.1.030 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Защитное заземление, зануление

ГОСТ 12.2.007.0 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

* В Российской Федерации не действует до 1 сентября 2026 г.

Издание официальное

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

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4166 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 5789 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 5955 Реактивы. Бензол. Технические условия

ГОСТ 6709* Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6995 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

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

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

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 31861** Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТ ИСО 5725-1*** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения

ГОСТ ИСО 5725-6 *4 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru о указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Сущность метода

Метод основан на извлечении летучих органических соединений (ЛОС) из воды и водных вытяжек при нагревании пробы в герметично укупоренном флаконе и последующем анализе равновесной паровой фазы на двух параллельных кварцевых капиллярных колонках, идентификации веществ по их значениям времени удерживания и количественному определению методом абсолютной градуировки с помощью пламенно-ионизационных детекторов.

Диапазон измеряемых массовых концентраций определяемых веществ в воде и в водных вытяжках из анализируемых проб образцов указан в таблице 1.

---

* В Российской Федерации действует ГОСТ Р 58144—2018.

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р 59024—2020.

*** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-1—2002.

*4 В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

Таблица 1

Наименование вещества	Диапазон измеряемых концентраций, мг/дм^3
Гексан	0,005—0,1
Гептан	
Бензол	
Толуол	
Этилбензол	
м-Ксилол	
о-Ксилол	
п-Ксилол	
Изопропилбензол	
Стирол	
α-Метилстирол	
Акрилонитрил	0,01—0,1
Ацетальдегид	0,05—1,0
Ацетон	
Метилацетат	
Этилацетат	
Метанол	
Изопропанол	
Бутилацетат	
н-Пропанол	
н-Пропилацетат	
Изобутанол	
н-Бутанол	

Продолжительность проведения хроматографического анализа составляет приблизительно 39 мин.

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 проводят измерения, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией;
- содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм, установленных 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 необходимо соблюдать правила безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением, установленные законодательством государств — участников Соглашения*.

5 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются специалисты, имеющие высшее или среднее специальное образование химического профиля, владеющие методом газохроматографического анализа, знающие принцип действия и правила эксплуатации оборудования и показавшие удовлетворительные результаты при выполнении процедур контроля точности измерений.

6 Требования к условиям выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны соблюдаться следующие условия:

- температура воздуха ..... (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление ..... от 84,0 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт.ст.);
- относительная влажность воздуха ..... не более 80 %;
- напряжение сети ..... (220 ± 22) В.

7 Средства измерений, вспомогательное оборудование, посуда, реактивы, материалы

7.1 Средства измерений, посуда

Хроматограф газовый с двумя пламенно-ионизационными детекторами (ПИД) с пределом детектирования 5×10^{-12} г/с, предназначенный для работы с капиллярными колонками, с программным обеспечением.

Микрошприцы вместимостью 1, 10, 50, 100 мкл.

Шприцы медицинские вместимостью 10 мл, цельностеклянные по ГОСТ 22967.

Весы лабораторные аналитические с наибольшим пределом взвешивания 200 г, пределом допустимой погрешности ±0,0005 г по ГОСТ OIML R 76-1.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 29227.

Пипетки градуированные вместимостью 5, 10, 25 $см^3$ по ГОСТ 29227, 2-го класса точности.

Колбы мерные с притертыми пробками вместимостью 50, 100 $см^3$ по ГОСТ 1770, 2-го класса точности.

Цилиндры мерные вместимостью 100 и 250 мл по ГОСТ 1770.

Колбы конические вместимостью 100, 250 $см^3$ со шлифом 29/32 по ГОСТ 25336.

Флаконы стеклянные вместимостью 20 $см^3$ для парофазного анализа в комплекте с обжимными или винтовыми крышками, с прокладками для парофазных флаконов.

Барометр-анероид с диапазоном измерения атмосферного давления 80—106 кПа (600—800 мм рт.ст.) и с неопределенностью измерений не более ±2,5 мм рт.ст.

7.2 Вспомогательное оборудование

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.

Колонка кварцевая капиллярная № 1 длиной 60 м, с внутренним диаметром 0,53 мм, со слоем неподвижной жидкой фазы — полиэтиленгликоль (ПЭГ) 20 000, толщиной 1,0 мкм.

---

* В Российской Федерации действуют Федеральные нормы и правила в области промышленной безопасности «Правила промышленной безопасности при использовании оборудования, работающего под избыточным давлением», утвержденные приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 15 декабря 2020 г. № 536.

Колонка кварцевая капиллярная № 2 длиной 60 м, с внутренним диаметром 0,53 мм, со слоем неподвижной жидкой фазы — 6 % цианопропилфенила и 94 % диметилполисилоксана, толщиной 3,0 мкм.

Капилляр деактивированный (полярный) соединительный кварцевый длиной 3 м, с внутренним диаметром 0,53 мм.

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

Установка обратноосмотическая с баком-накопителем вместимостью 80 $дм^3$, с фильтрами: микрофильтрационным, угольными, обратноосмотическим.

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

Генератор водорода производительностью 10 л/ч, давлением 140 кПа.

Компрессор воздушный.

Регулятор давления баллонный (гелиевый).

Ванна ультразвуковая.

Примечание — Применение фильтра для очистки воздуха позволяет уменьшить уровень фонового тока ПИД.

7.3 Реактивы и материалы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Ацетальдегид с содержанием основного вещества не менее 99,5 %, х. ч.

Ацетон с содержанием основного вещества не менее 99,5 %, х. ч.

Метилацетат с содержанием основного вещества не менее 99,5 %, х. ч.

Этилацетат по ГОСТ 22300, х. ч.

Метанол по ГОСТ 6995, х. ч.

Изопропанол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %, х. ч.

Бензол по ГОСТ 5955, х. ч.

Гелий газообразный (сжатый), в. ч., марки «6.0».

Клей полиимидный для склеивания капиллярных колонок.

Акрилонитрил с содержанием основного вещества не менее 99,5 %, х. ч.

н-Пропанол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %, х. ч.

н-Пропилацетат с содержанием основного вещества не менее 99,0 %, х. ч.

Толуол по ГОСТ 5789, х. ч.

Бутилацетат по ГОСТ 22300, х. ч.

Изобутанол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %, х. ч.

Этилбензол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %, х. ч.

о-Ксилол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %, х. ч.

п-Ксилол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %, х. ч.

м-Ксилол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %, х. ч.

н-Бутанол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %, х. ч.

Изопропилбензол (кумол) с содержанием основного вещества не менее 99,5 %, х. ч.

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

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

Гексан с содержанием основного вещества не менее 99,5 %, х. ч.

Гептан с содержанием основного вещества не менее 99,5 %, х. ч.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166, х. ч.

Примечание — Допускается применение средств измерений с метрологическими характеристиками, вспомогательного оборудования, посуды, материалов с техническими характеристиками не ниже вышеуказанных и химических реактивов аналогичной или более высокой квалификации.

8 Подготовка к выполнению измерений

8.1 Подготовка капиллярных колонок

Кварцевые капиллярные колонки соединяют с одним испарителем с помощью специального разветвителя (Y-коннектора), в котором поток газа-носителя делится пополам и попадает в каждую капиллярную колонку.

Систему кондиционируют, не соединяя выходные концы колонок с детекторами ($t_{дет}$ = 250 °С), нагревая в термостате хроматографа с программированием температуры от 50 °С до 230 °С со скоростью 10 °С/мин и выдерживая при конечной температуре в течение 2 ч. Входы капиллярных колонок в детекторы при этом заглушают графитовыми муфтами. После охлаждения термостата колонок хроматографа выходные концы колонок подсоединяют к пламенно-ионизационным детекторам. Затем проверяют герметичность соединений и устанавливают необходимый режим работы хроматографа.

8.2 Подготовка хроматографа и дозатора равновесного пара

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

8.2.2 Хроматограф и дозатор выводят на рабочий режим при следующих условиях:

- 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 с;
- объем вводимой дозы равновесного пара ..... 2,0 см^3.

8.2.3 Условия проведения газохроматографического анализа:

- температура детектора (ПИД) ..... 250 °С;
- температура испарителя ..... 250 °С.

8.2.4 Для капиллярных колонок:

- 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^3/мин;
- давление на входе в капиллярную колонку ..... 52,6 кПа;
- сброс газа-носителя ..... 8 см^3/мин;
- поддув газа-носителя (2 ПИД) ..... 40 см^3/мин;
- расход водорода (2 ПИД) ..... 40 см^3/мин;
- расход воздуха (2 ПИД) ..... 400 см^3/мин;
- высота окна снятия хроматограммы (для концентраций 0,1 мг/дм^3 и ниже) ..... 10 мВ;
- общее время анализа ..... 39 мин.

8.3 Подготовка посуды

Посуду, используемую при приготовлении градуировочных растворов, водных вытяжек, отбора проб воды и парофазного анализа, тщательно моют с поверхностно-активным моющим средством. После этого посуду замачивают на 3—4 ч в свежеприготовленном 3 %-ном растворе двухромовокислого 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 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 настоящим методом. 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 фильтры и угольный блок-фильтр, производительностью 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 проводят в стеклянную посуду с притертой пробкой или закручивающейся крышкой.

Примечание — Допускается применение иных систем очистки воды с аналогичными или улучшенными техническими характеристиками.

8.5 Проверка чистоты газового тракта дозатора равновесного пара, хроматографа и дистиллированной воды

Перед началом серии анализов следует проверить чистоту газохроматографической системы в целом, проведя анализ дистиллированной воды для приготовления градуировочных растворов и водных вытяжек.

При обнаружении веществ, определяемых данным методом, выявляют и устраняют источник загрязнения. Проводят повторный анализ.

8.6 Приготовление градуировочных растворов

8.6.1 Приготовление градуировочных растворов проводят двумя способами: весовым или объемным. Вскрытые ампулы с реактивами хранят в герметично укупоренных флаконах при температуре 4 °С — 8 °С не более трех месяцев, если в документации на них не указаны другие условия хранения. Физико-химические свойства определяемых веществ приведены в приложении А.

8.6.1.1 Приготовление исходных градуировочных растворов

а) Исходный раствор № 1 ацетальдегида, ацетона, метанола, изопропанола, н-пропанола, метилацетата, этилацетата, н-пропилацетата, н-бутилацетата, изо-бутанола, н-бутанола (c = 1 мг/см^3)

По 100 мг ацетальдегида, ацетона, метанола, изопропанола, н-пропанола, метилацетата, этилацетата, н-пропилацетата, бутилацетата, изобутанола, н-бутанола вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят уровень дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают, используя ультразвуковую ванну.

Срок хранения исходного раствора № 1 — не более двух недель при температуре 4 °С — 8 °С.

б) Исходный раствор № 2 гексана, гептана, бензола, толуола, этилбензола, п-, м- и о-ксилолов, изопропилбензола, стирола, α-метилстирола, акрилонитрила (c = 1 мг/см^3)

По 100 мг гексана, гептана, бензола, толуола, этилбензола, п-, м-, о-ксилола, изопропилбензола, стирола, α-метилстирола, акрилонитрила вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят уровень метиловым спиртом до метки и тщательно перемешивают, используя ультразвуковую ванну.

Срок хранения исходного раствора № 2 — не более трех месяцев при температуре 4 °С — 8 °С.

При повторном использовании приготовленные растворы выдерживают при комнатной температуре 1 ч и перемешивают, используя ультразвуковую ванну.

8.6.1.2 Приготовление рабочих градуировочных растворов

Градуировочные растворы ацетальдегида, ацетона, метанола, изопропанола, н-пропанола, н-пропилацетата, изобутанола, н-бутанола, метилацетата, этилацетата, бутилацетата готовят в мерных колбах вместимостью 100 см^3. Для этого в каждую мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят исходный раствор № 1 в соответствии с таблицей 2, доводят объем охлажденной до температуры 20 °С дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 2

Номер градуировочного раствора	Объем исходного раствора № 1 (c = 1 мг/см^3), мм^3	Концентрация вещества в воде, мг/дм^3
1	5	0,05
2	10	0,10
3	20	0,20
4	30	0,30
5	50	0,50
6	100	1,00

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

Таблица 3

Номер градуировочного раствора	Объем исходного раствора № 2 (c = 1 мг/см^3), мм^3	Концентрация вещества в воде, мг/дм^3
1	0,5	0,005
2	1,0	0,010
3	2,0	0,020
4	3,0	0,030
5	5,0	0,050
6	10,0	0,100

Примечание — Допускается использование градуировочных растворов с другими массовыми концентрациями определяемых веществ, но в пределах их диапазонов измерений с соответствующей корректировкой схемы приготовления градуировочных растворов.

8.7 Установление градуировочных характеристик

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

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

Градуировку хроматографа сначала проводят с помощью градуировочных растворов, приготовленных из исходного раствора № 1, а затем с помощью градуировочных растворов, приготовленных из исходного раствора № 2. Значения для массовой концентрации метанола в растворах, приготовленных из исходного раствора № 2, не учитывают, так как метиловый спирт является растворителем. При создании единого градуировочного раствора, содержащего компоненты из исходных растворов № 1 и № 2, значения массовой концентрации метанола также не учитывают.

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

По 10 см^3 каждого градуировочного раствора помещают в стеклянный флакон, содержащий (2,0 ± 0,1) г безводного сернокислого натрия, герметично закрывают специальной крышкой из комплекта ДРП или обжимным алюминиевым колпачком, помещают флакон в термостат ДРП на 30 мин.

Для каждого вещества определяют соотношение между концентрацией введенного вещества (мг/дм^3) и соответствующей ей площадью (мВ · с) пика на хроматограмме. Угол наклона градуировоч-

ного 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

$$A_{cm} = b_{cm} \cdot C_{cm} + c_{cm}, \quad (1)$$

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

C_{cm} — концентрация анализируемого вещества в градуировочном растворе, мг/дм^3;

b_{cm} — тангенс угла наклона градуировочного графика, мВ · с/мг/дм^3;

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 массовой концентрации вещества, берут среднее значение из двух-трех измерений одной массовой концентрации.

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

По окончании времени термостатирования запускают «Старт» методики в соответствии с инструкцией по эксплуатации газохроматографического комплекса. Хроматограф переходит на этап работы «Анализ», который длится приблизительно 39 мин.

9 Идентификация определяемых веществ на двух каналах детекторов

По окончании этапа «Анализ» проводят идентификацию компонентов на двух каналах детекторов. Это делают для более надежной и достоверной идентификации при анализе многокомпонентных проб, когда одного параметра (времени удерживания компонента на одной колонке) недостаточно.

Идентификацию каждого компонента пробы проводят по двум параметрам:

1) «Наименование вещества»; 2) «Номер детектора». Пик на первом канале (ПИД-1) имеет статус «Основной». Пик на втором канале (ПИД-2) имеет статус «Подтверждающий».

Для проведения идентификации веществ на двух каналах создают компоненты с одинаковым именем на каждом канале детектора. При этом в столбце «Идентификация» для компонента на первом канале устанавливают признак «Основной», а на втором — «Подтверждающий». Если для компонента не создают одноименный компонент на втором канале, его идентификацию проводят по обычному алгоритму.

При интерпретации хроматограмм необходимо соблюдать следующие правила:

- значения времени удерживания компонентов необходимо указывать максимально точно (три знака после запятой). Окна поиска должны быть небольшие (1 % или менее) 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 составом исследуемого материала. Для использования этого приема двум близко элюируемым компонентам назначают 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. Окончательный этап идентификации оператор проводит самостоятельно. Процесс идентификации заключается в сравнении значений времени удерживания веществ, идентифицированных программой, с ориентировочными значениями времени удерживания веществ, приведенными 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 — Ориентировочное время удерживания и порядок выхода веществ на двух параллельных капиллярных колонках

Колонка № 1		Колонка № 2	
Наименование вещества	Время удерживания, мин	Наименование вещества	Время 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
Изопропанол	8,679	Изопропанол	9,415
Бензол	9,173	Бензол	15,665
н-Пропилацетат	10,283	н-Пропилацетат	18,258
Акрилонитрил	11,119	Акрилонитрил	10,817
н-Пропанол	12,619	н-Пропанол	12,396
Толуол	12,705	Толуол	20,531
Бутилацетат	13,750	Бутилацетат	22,471
Изобутанол	14,454	Изобутанол	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
Изопропилбензол	17,305	Изопропилбензол	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 20 000 определению этилацетата мешает винилацетат, метанола — изопропилацетат, бензола — этанол (в больших количествах), н-бутанола — м-ксилол.

На второй колонке со слоем НЖФ (6 % цианопропропилфенила и 94 % метилполисилоксана) определению изопропанола мешает ацетонитрил (в больших количествах), н-пропанола — толуол, а изобутанола — бензол (в больших количествах), пара веществ м- и п-ксилолы, а также пара стирол и о-ксилол выходят одним пиком.

Примеры хроматограмм градуировочных растворов приведены в приложении Б.

10 Отбор пробы воды

Отбор пробы воды осуществляют по ГОСТ 31861. Воду отбирают в чистые емкости предпочтительно из коричневого стекла с завинчивающимися крышками и прокладками из политетрафторэтилена.

Емкость полностью заполняют 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 посуде, заполненной под пробку, при температуре от 4 °С до 8 °С в месте, защищенном от света. Если проба воды хранилась в холодильнике, то перед анализом ее надо выдержать 2 ч при комнатной температуре.

11 Приготовление водной вытяжки

Отбор проб образцов изделий для приготовления водных вытяжек проводят по нормативным документам государства, принявшего стандарт.

Приготовление водных вытяжек из проб образцов материалов и изделий проводят при определенной экспозиции, температурном режиме и отношении площади ($см^2$), массы образца (г) к объему модельной среды ($см^3$) в соответствии с нормативными документами государства, принявшего стандарт.

Примеры приготовления водных вытяжек из образцов материалов и изделий основных видов продукции приведены в 11.1—11.8.

До проведения исследований все образцы материалов и изделий (кроме подгузников) выдерживают в открытом виде (без упаковки) при комнатной температуре и естественном воздухообмене не менее 24 ч. Пробы образцов из полимерных материалов и резины тщательно промывают водой при температуре 37 °С (без применения моющих средств), прополаскивают дистиллированной водой и просушивают при комнатной температуре. Соски дополнительно подвергают 15-минутному кипячению. Водную вытяжку из материалов различного состава и назначения готовят следующим образом.

11.1 Соски, соски-пустышки, прорезыватели

Пробу образца замачивают в дистиллированной воде при соотношении площади поверхности изделия ($см^2$) к объему модельной среды ($см^3$) 1:1. Затем помещают закрытую колбу в термостат при температуре (40 ± 2) °С на 24 ч.

11.2 Посуда и столовые приборы

11.2.1 Основная модельная среда — дистиллированная вода. Пробу образца замачивают при соотношении площади поверхности изделия ($см^2$) к объему модельной среды ($см^3$) 1:1 или по объему и выдерживают в закрытой емкости.

Если образцы представлены емкостями (кружки, бутылки, банки и другое) и объем их заполнения при предполагаемом способе использования известен, моделирование контакта проводят путем их полного заполнения.

11.2.2 Время выдержки:

- если время контакта пищевого продукта с изделием не превышает 10 мин, экспозиция при анализе — 2 ч;
- время контакта пищевого продукта с изделием не превышает 2 ч, экспозиция при анализе — 1 сут;
- время контакта пищевого продукта с изделием от 2 до 48 ч, экспозиция при анализе — 3 сут;
- если время контакта пищевого продукта с изделием свыше 48 ч, экспозиция при анализе — 10 сут.

11.2.3 Температурные режимы:

- изделия, предназначенные для контакта с пищевыми продуктами, заливают дистиллированной водой (модельным раствором) комнатной температуры;
- изделия, предназначенные для контакта с горячей пищей, заливают нагретой до температуры 80 °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 1 ч.

11.3 Санитарно-гигиенические и галантерейные изделия

Пробу образца замачивают в дистиллированной воде при соотношении площади поверхности изделия ($см^2$) к объему модельной среды ($см^3$) 1:2 или 1 г на 10 $см^3$ (если невозможно подсчитать площадь). Затем помещают в термостат при температуре (37 ± 2) °С и выдерживают 3 ч.

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

Пробу образца замачивают в дистиллированной воде при соотношении площади поверхности изделия ($см^2$) к объему модельной среды ($см^3$) 1:1 или 1 г на 10 $см^3$ (для щетины). Затем помещают в термостат при температуре (40 ± 2) °С и выдерживают 2 ч.

11.5 Подгузники

Анализ подгузников проводят в водной вытяжке (дистиллированная вода) без разрушения при насыщенности 1 $см^2/см^3$, температуре (40 ± 2) °С в течение 3 ч или при температуре (20 ± 2) °С в течение 24 ч.

11.6 Одежда из текстильных материалов

Пробы образцов размером 10 × 10 мм помещают в колбы с притертой пробкой и заливают дистиллированной водой в соотношении: для одежды первого слоя, постельного белья — (1,0 ± 0,1) г на 50 $см^3$ воды; для одежды второго слоя, тяжелых махровых хлопчатобумажных тканей — (1,0 ± 0,1) г на 100 $см^3$ воды. Колбы с пробами выдерживают в термостате 1 ч при температуре (40 ± 2) °С.

11.7 Коляски

Для текстильных материалов пробы образцов размером 10 × 10 мм помещают в колбу с притертой пробкой и заливают дистиллированной водой в соотношении (1,0 ± 0,1) г на 100 $см^3$ воды; для полимерных материалов — пробу образца замачивают в дистиллированной воде при соотношении площади поверхности образца ($см^2$) к объему воды ($см^3$) 1:2. Колбы с пробами выдерживают в термостате 3 ч при температуре (37 ± 2) °С.

11.8 Велосипеды, школьно-письменные принадлежности, игрушки

Пробы образцов замачивают в дистиллированной воде при соотношении площади поверхности изделия ($см^2$) к объему воды ($см^3$) 1:2 или 1 г на 10 $см^3$ (при сложных конфигурациях или невозможности подсчитать их площадь). Затем помещают в термостат при температуре (37 ± 2) °С и выдерживают 3 ч. Определение объема колбы приведено в приложении В.

В велосипедах исследуют детали, имеющие непосредственный контакт с кожей ребенка (руль, седло).

12 Подготовка пробы для анализа

Минимальный объем пробы для анализа — 20 $см^3$.

При отсутствии возможности немедленного газохроматографического анализа воду или водную вытяжку из материала (без исследуемого образца) хранят в стеклянной емкости с притертой пробкой, заполненной под пробку, в защищенном от света прохладном месте.

Срок хранения пробы — не более 1 сут при температуре 4 °С — 8 °С. Если пробу воды хранили в холодильнике, то перед анализом ее следует выдержать 2 ч при комнатной температуре.

13 Выполнение измерений

После выхода хроматографа и дозатора равновесного пара на режим, 10 $см^3$ пробы воды помещают во флакон, содержащий (2,0 ± 0,1) г безводного сернокислого натрия, и проводят все необходимые операции, описанные в 8.7. По окончании времени термостатирования проводят анализ в условиях,

приведенных в 8.2. По окончании хроматографического анализа проводят определение значений времени удерживания, расчет площадей пиков, идентификацию и количественный расчет обнаруженных соединений на каждом канале.

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

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

Блок-схема проведения исследования приведена в приложении Г.

14 Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию *С* каждого определяемого вещества, содержащегося в пробе, вычисляют по установленным в 8.7 индивидуальным градуировочным зависимостям.

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений.

Для обработки результатов хроматографического анализа используют 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

$$\frac{2\cdot|X_1-X_2|\cdot 100}{(X_1+X_2)}\le r, \qquad (2)$$

где X_1, X_2 — результаты параллельных определений, мг/дм^3;

r — значение предела повторяемости (см. таблицу 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 данным методом неопределенность и ее составляющие результатов измерения при доверительной вероятности P = 0,95 не должны превышать значений, приведенных в таблице 5, для соответствующих диапазонов массовых концентраций.

Таблица 5 — Метрологические характеристики

Определяемое вещество	Диапазон определяемых концентраций, мг/дм^3	Относительная расширенная неопределенность U/X, % при P = 0,95	Стандартное отклонение повторяемости σ_r, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Стандартное отклонение воспроизводимости σ_R, %
Гексан	0,005—0,1	18	1,3	4	5	1,8
Гептан	0,005—0,1	24	1,4	4	6	2,0
Ацетальдегид	0,05—1,0	19	1,8	5	7	2,5
Ацетон	0,05—1,0	17	1,7	5	7	2,4
Метилацетат	0,05—1,0	17	1,8	5	7	2,5
Этилацетат	0,05—1,0	23	2,0	6	8	2,8
Метанол	0,05—1,0	14	2,9	8	11	4,0

Окончание таблицы 5

Определяемое вещество	Диапазон определяемых концентраций, мг/дм^3	Относительная расширенная неопределенность U/X, % при P = 0,95	Стандартное отклонение повторяемости σ_r, %	Предел повторяемости r, %	Предел воспроизводимости R, %	Стандартное отклонение воспроизводимости σ_R, %
Изопропанол	0,05—1,0	17	1,7	5	7	2,4
Акрилонитрил	0,01—0,1	25	2,2	6	8	3,1
н-Пропанол	0,05—1,0	17	1,9	5	7	2,7
н-Пропилацетат	0,05—1,0	21	1,6	4	6	2,2
Бутилацетат	0,05—1,0	22	1,3	4	5	1,8
Изобутанол	0,05—1,0	17	2,0	6	8	2,8
н-Бутанол	0,05—1,0	21	2,0	5	8	2,8
Бензол	0,005—0,1	19	1,4	4	5	2,0
Толуол	0,005—0,1	17	1,3	4	5	1,8
Этилбензол	0,005—0,1	21	1,4	4	6	2,0
м-Ксилол	0,005—0,1	17	1,2	3	5	1,7
о-Ксилол	0,005—0,1	24	1,3	4	5	1,8
п-Ксилол	0,005—0,1	21	1,5	4	6	2,1
Изопропилбензол	0,005—0,1	20	1,7	5	7	2,4
Стирол	0,005—0,1	21	1,7	5	6	2,4
α-Метилстирол	0,005—0,1	19	1,3	4	5	1,8

17 Предоставление результатов измерений

Результат анализа представляют в виде

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

где $\overline{X}$ — среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/дм^3;

U — расширенная неопределенность, мг/дм^3.

Расширенную неопределенность измерений массовой концентрации определяемого вещества в абсолютном виде вычисляют по формуле

$$U = U/X \cdot \overline{X} \cdot 0{,}01, \qquad (3)$$

где U/X — относительная расширенная неопределенность измерений массовых концентраций определяемых веществ, которая не должна превышать значений, указанных в таблице 5;

0,01 — коэффициент пересчета неопределенности из процентов в доли единицы.

Если содержание компонента ниже нижней границы диапазона определяемых массовых концентраций, результат анализа представляют в виде: «содержание вещества в пробе менее 0,005 мг/дм^3»*.

18 Контроль качества результатов измерений

18.1 Оперативный контроль неопределенности и воспроизводимости измерений проводят в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-1 и ГОСТ ИСО 5725-6 не реже одного раза в квартал, а также после ремонта

* 0,005 мг/дм^3 — предел обнаружения для ароматических углеводородов, гексана, гептана.

хроматографа, при замене капиллярных колонок, чистке детектора и т. д. Частота контроля может быть увеличена при большой интенсивности работы прибора.

18.2 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики (ГХ) проводят в начале каждой серии анализов. Измерения проводят на одном из градуировочных растворов. Контроль стабильности градуировочной характеристики допускается проводить по одному—трем определяемым веществам одного из градуировочных растворов.

Градуировочную характеристику считают стабильной, если для градуировочного раствора, используемого для контроля, сохраняется соотношение

$$A = \frac{(X - C) \cdot 100}{C}, \quad (4)$$

$$A \le B, \quad (5)$$

где A — величина расхождения;

X — концентрация вещества в пробе при контрольном измерении, мкг/см^3;

C — известная концентрация градуировочного раствора веществ, взятая для контроля стабильности ГХ, мкг/см^3;

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 по 8.7.

18.3 Плановый внутрилабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводят методом добавок.

Величина добавки $C_д$ должна удовлетворять условию

$$C_д \ge U_{л,\overline{X}} + U_{л,\overline{x}}, \quad (6)$$

где $\pm U_{л,\overline{X}}$, $\pm U_{л,\overline{x}}$ — характеристика неопределенности результатов анализа, соответствующая содержанию компонента в испытуемом образце (расчетному значению содержания компонента в образце с добавкой соответственно), мг/дм^3, при этом

$$U_л = \pm 0{,}84U, \quad (7)$$

где U — граница абсолютной погрешности, мг/дм^3 [см. формулу (3)];

0,84 — коэффициент.

Значения $U_{л,\overline{X}}$ и $U_{л,\overline{x}}$ вычисляют по формулам:

$$U_{л,\overline{X}} = 0{,}84 \cdot U/X \cdot \overline{X} \cdot 0{,}01, \quad (8)$$

$$U_{л,\overline{x}} = 0{,}84 \cdot U/X \cdot \overline{X'} \cdot 0{,}01. \quad (9)$$

Контрольный параметр процедуры $К_к$ вычисляют по формуле

$$К_к = \overline{X'} - \overline{X} - C_д, \quad (10)$$

где $\overline{X'}$, $\overline{X}$, $C_д$ — среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по разделу 15) содержания компонента в образце с добавкой, испытуемом образце, добавке соответственно, мг/дм^3.

Норматив контроля К вычисляют по формуле

$$К = \sqrt{U^2_{л,\overline{x}} + U^2_{л,\overline{X}}}. \quad (11)$$

Проводят сопоставление результата контроля процедуры $К_к$ с нормативом контроля К.

Если результат контроля анализа удовлетворяет условию

$$|К_к| \le К, \tag{12}$$

то процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (12) процедуру контроля повторяют. При повторном невыполнении условия (12) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

18.4 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

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

$$\frac{2 \cdot |X_1 - X_2| \cdot 100}{(X_1 + X_2)} \le R, \tag{13}$$

где X_1, X_2 — результаты измерений, выполненных в условиях воспроизводимости (разное время, разные операторы, разные лаборатории), мг/дм^3;

R — предел воспроизводимости (в соответствии с диапазоном массовых концентраций по таблице 5), %.

Приложение А
(справочное)

Физико-химические свойства определяемых веществ

А.1 Физико-химические свойства определяемых веществ приведены в таблице А.1.

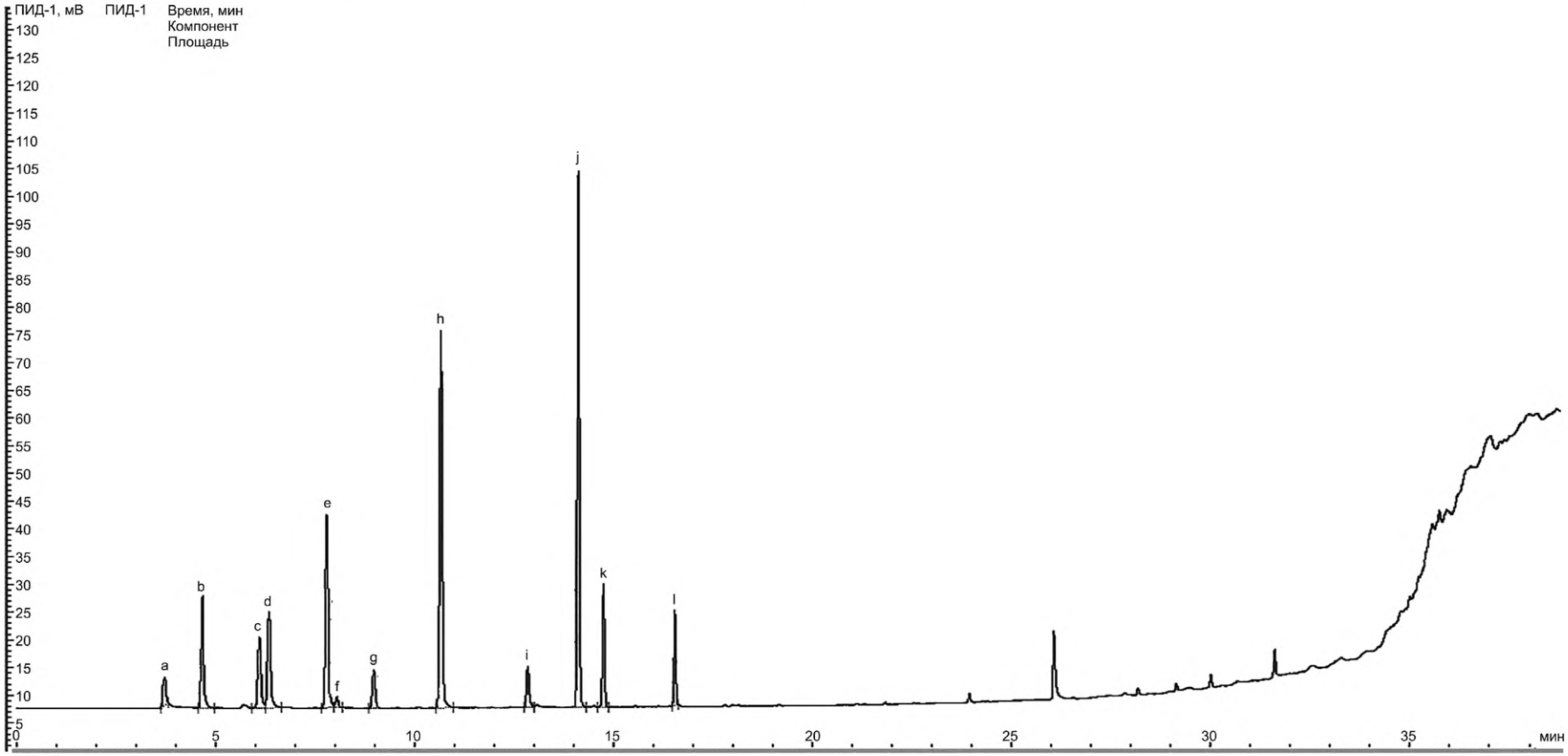
Таблица А.1

Вещество	Формула	Молекулярная масса	$T_{кип}$, °С	Плотность, г/см^3
Гексан	C_6H_{14}	86,18	68,7	0,659
Гептан	C_7H_{16}	100,20	98,4	0,6838
Ацетальдегид	C_2H_4O	44,05	20,16	0,778
Ацетон	C_3H_6O	58,08	56,24	0,791
Метилацетат	$C_3H_6O_2$	74,08	57,0	0,93
Этилацетат	$C_4H_8O_2$	88,10	77,2	0,901
Метанол	CH_4O	32,04	64,06	0,793
изо-Пропанол	C_3H_8O	60,09	82,2	0,786
Акрилонитрил	C_3H_3N	53,60	77,0	0,801
н-Пропанол	C_3H_8O	60,09	97,2	0,8036
Н-Пропилацетат	$C_5H_{10}O_2$	102,13	101,6	0,887
изо-Бутанол	$C_4H_{10}O$	74,12	108,0	0,805
н-Бутанол	$C_4H_{10}O$	74,12	117,5	0,809
Бутилацетат	$C_6H_{12}O_2$	116,16	126,5	0,882
Бензол	C_6H_6	78,11	80,1	0,879
Толуол	C_7H_8	92,13	110,6	0,867
Этилбензол	C_8H_{10}	106,17	136,2	0,867
м-Ксилол	C_8H_{10}	106,16	139,1	0,864
о-Ксилол	C_8H_{10}	106,16	144,4	0,88
п-Ксилол	C_8H_{10}	106,16	138,35	0,861
Изопропилбензол	C_9H_{12}	120,20	152,4	0,862
Стирол	C_8H_8	104,14	145,2	0,906
α-Метилстирол	C_9H_{10}	118,17	165,4	0,911

Приложение Б
(справочное)

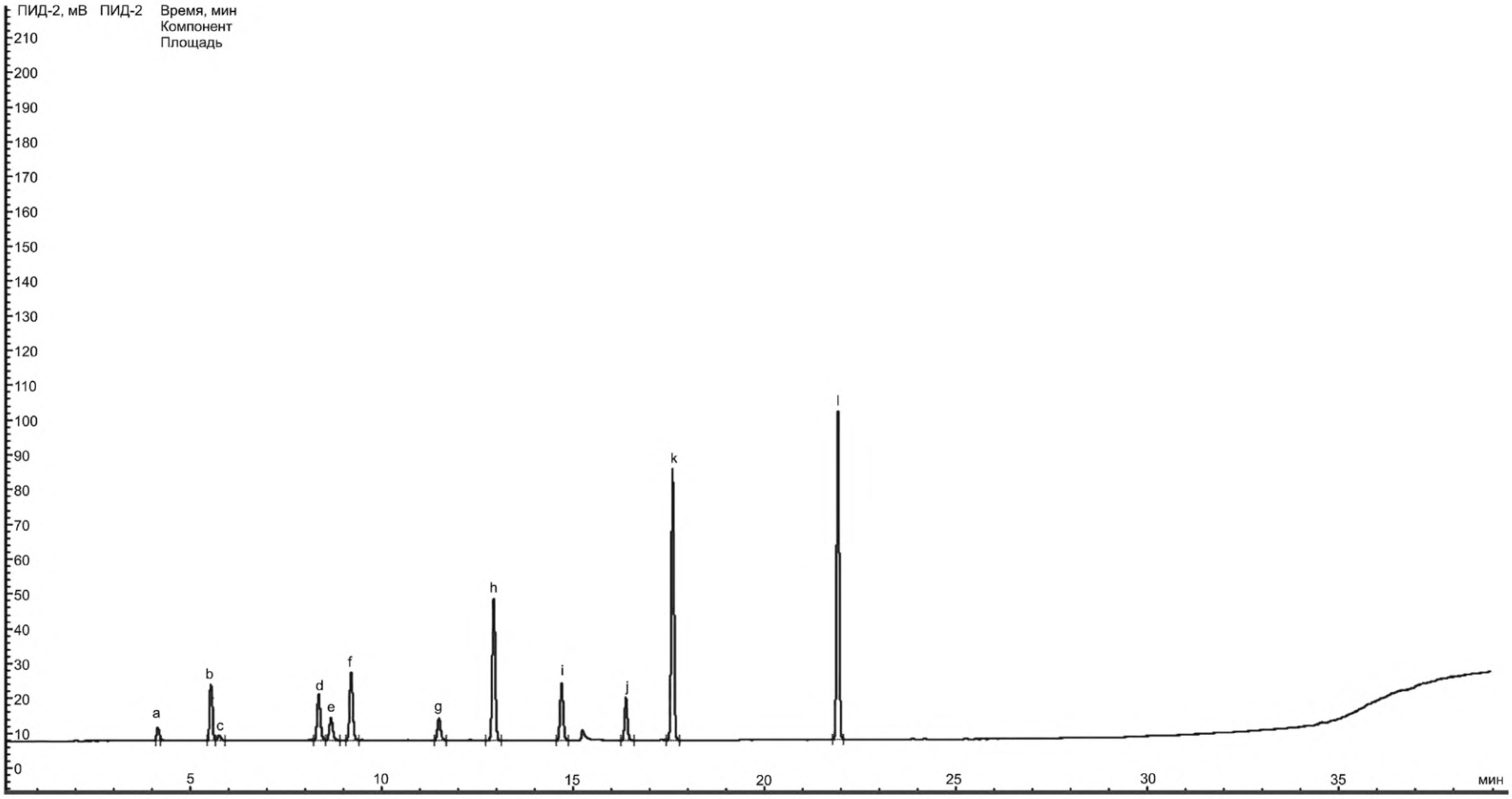
Примеры хроматограмм градуировочных растворов

Б.1 Примеры хроматограмм градуировочных растворов приведены на рисунках Б.1—Б.4.



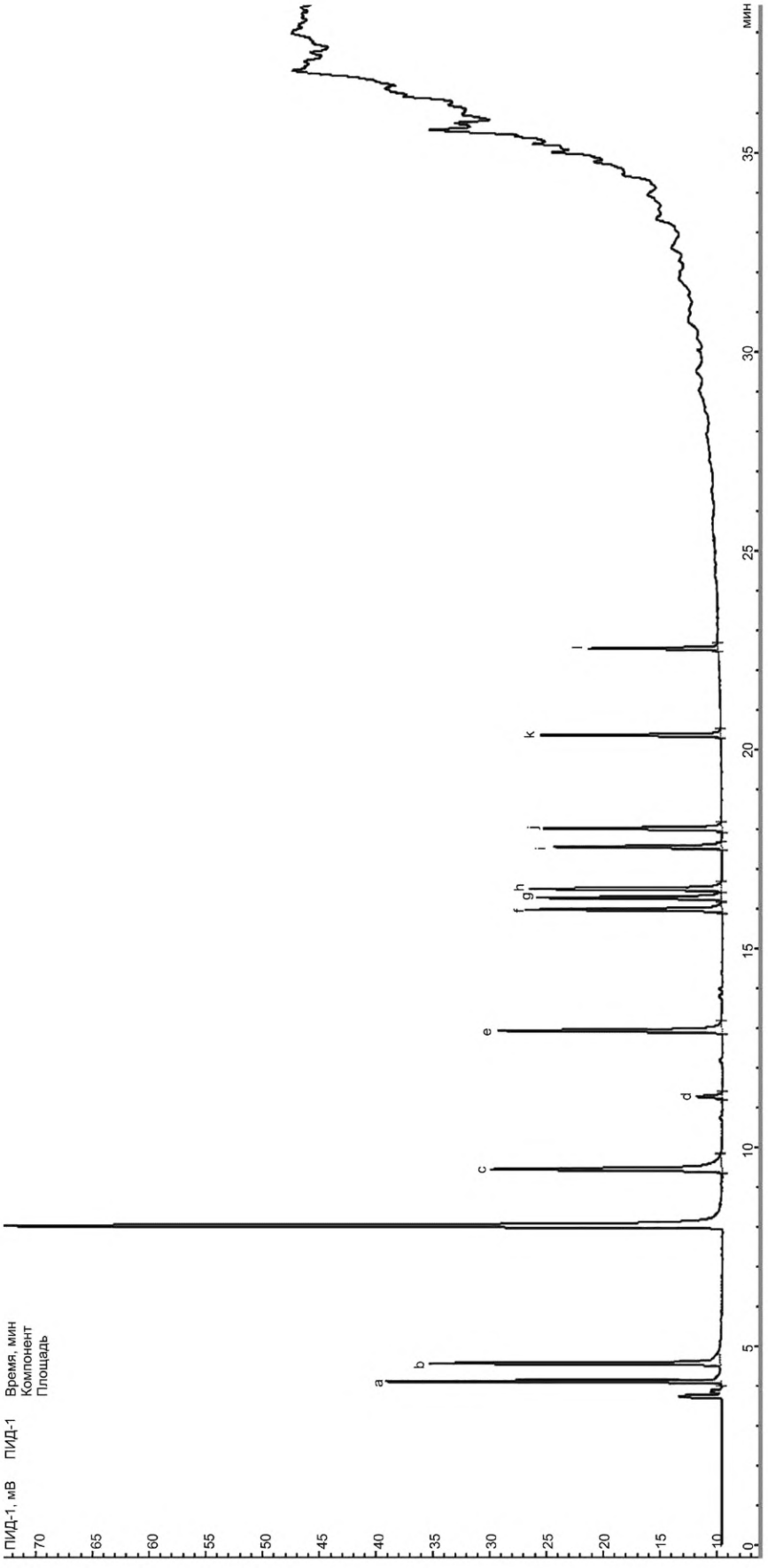
a — 3.722; *b* — 4.373 (ацетальдегид); *c* — 5.786 (ацетон); *d* — 5.979 (метилацетат); *e* — 7.401 (этилацетат); *f* — 7.777 (метанол); *g* — 8.679 (изопропанол); *h* — 10.283 (н-пропилацетат); *i* — 12.619 (н-пропанол); *j* — 13.750 (н-бутилацетат); *k* — 14.454 (изобутанол); *l* — 16.272 (н-бутанол)

Рисунок Б.1 — Пример хроматограммы градуировочного раствора, приготовленного из первого исходного раствора, на кварцевой капиллярной колонке со слоем неподвижной жидкой фазы — полиэтиленгликоля



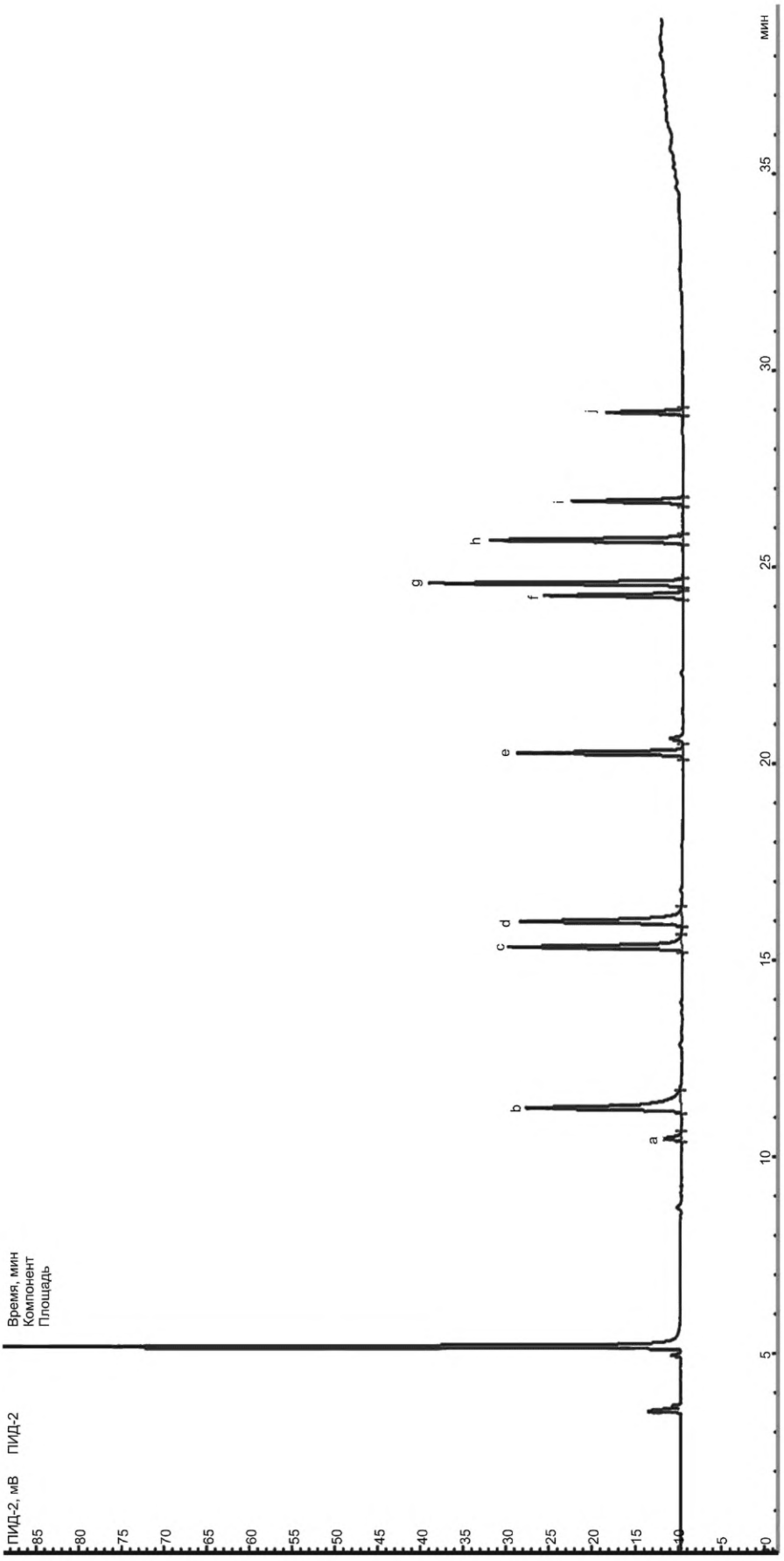
a — 3.486; *b* — 5.665 (ацетальдегид); *c* — 6.121 (метанол); *d* — 9.024 (ацетон); *e* — 9.415 (изопропанол); *f* — 9.771 (метилацетат); *g* — 12.396 (н-пропанол); *h* — 13.523 (этилацетат); *i* — 15.438 (изобутанол); *j* — 17.135 (н-бутанол); *k* — 18.258 (н-пропилацетат); *l* — 22.471 (н-бутилацетат)

Рисунок Б.2 — Пример хроматограммы градуировочного раствора, приготовленного из первого исходного раствора, на кварцевой капиллярной колонке со слоем неподвижной жидкой фазы — 6 % цианопропилфенила и 94 % диметилполисилоксана



a — 3.781 (гексан); *b* — 4.214 (гептан); *c* — 9.173 (бензол); *d* — 11.119 (акрилонитрил); *e* — 12.705 (толуол); *f* — 15.749 (этилбензол); *g* — 16.004 (п-ксилол); *h* — 16.264 (м-ксилол); *i* — 17.305 (изопропилбензол); *j* — 17.788 (о-ксилол); *k* — 20.133 (стирол); *l* — 22.270 (α-метилстирол)

Рисунок Б.3 — Пример хроматограммы градуировочного раствора, приготовленного из второго исходного раствора, на кварцевой капиллярной колонке со слоем неподвижной жидкой фазы — полиэтиленгликоля



a — 10.817 (акрилонитрил); *b* — 11.413 (гексан); *c* — 15.665 (бензол); *d* — 16.168 (гептан); *e* — 20.531 (толуол); *f* — 24.476 (этилбензол); *g* — 24.780 (м+п-ксилолы); *h* — 25.894 (стирол+о-ксилол); *i* — 26.833 (изопропилбензол); *j* — 29.111 (α-метилстирол)

Рисунок Б.4 — Пример хроматограммы градуировочного раствора, приготовленного из второго исходного раствора, на кварцевой капиллярной колонке со слоем неподвижной жидкой фазы — 6 % цианопропилфенила и 94 % диметиллолисилоксана

Приложение В
(справочное)

Определение объема колбы

Для вычисления отношения площади анализируемого образца к объему воды необходимо знать объем используемой колбы $V_{КОЛ}$, 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 $V_{КОЛ}$ измеряют мерным цилиндром.

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

Приложение Г
(справочное)

Блок-схема проведения анализа



Рисунок Г.1

УДК 543.544.3:006.354 МКС 19.020

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

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *И.Ю. Литовкиной*

Сдано в набор 31.07.2024. Подписано в печать 05.08.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,26. Уч-изд. л. 2,77.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru