ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(EACC)
EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(EASC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**ГОСТ 34174— 2017**

# УПАКОВКА

## Газохроматографическое определение содержания гексана, гептана, ацетальдегида, ацетона, метилацетата, этилацетата, метанола, изопропанола, акрилонитрила, н-пропанола, бутилацетата, изобутанола, н-бутанола, бензола, толуола, этилбензола, м-, о- и п-ксилолов, изопропилбензола, стирола, α-метилстирола в водных вытяжках

**Издание официальное**

Зарегистрирован
№ 13346
14 июня 2017 г.

**Минск**
**Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации**

gost.e-ecolog.ru

# 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 основной порядок 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 республиканским унитарным предприятием «Научно-практический центр гигиены»

2 ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации по результатам голосования в АИС МГС (протоколом от 7 июня 2017 г. №99-П)

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 |
|---|---|---|
| Армения | AM | Минэкономики Республики Армения |
| Беларусь | BY | Госстандарт Республики Беларусь |
| Казахстан | KZ | Госстандарт Республики Казахстан |
| Кыргызстан | KG | Кыргызстандарт |
| Таджикистан | TJ | Таджикстандарт |
| Узбекистан | UZ | Узстандарт |

4 Настоящий стандарт подготовлен на основе Методических рекомендаций № 01.024-07 «Газохроматографическое определение гексана, гептана, ацетальдегида, ацетона, метилацетата, этилацетата, метанола, изо-пропанола, акрилонитрила, н-пропанола, н-пропилацетата, бутилацетата, изобутанола, н-бутанола, бензола, толуола, этилбензола, м-, о- и п-ксилолов, изопропилбензола, стирола, α-метилстирола в водных вытяжках из материалов различного состава»

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 (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных (государственных) органов по стандартизации.*

*В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация также будет опубликована в сети Интернет на 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.

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# УПАКОВКА
# Газохроматографическое определение содержания гексана, гептана, ацетальдегида, ацетона, метилацетата, этилацетата, метанола, изопропанола, акрилонитрила, н-пропанола, бутилацетата, изобутанола, н-бутанола, бензола, толуола, этилбензола, м-, о- и п- ксилолов, изопропилбензола, стирола, α-метилстирола в водных вытяжках

Packing

Gas chromatographic determination of hexane, heptane, acetaldehyde, acetone, methylacetate, ethylacetate, methanol, isopropanol, acrylonitrile, n-propanol, butylacetate, isobutanol, n-butanol, benzene, toluene, ethylbenzene, m-, o-and p-xylene, isopropylbenzene, styrene, α-methylstyrene content in water extracts

**Дата введения** -

**Предупреждение** — Настоящий стандарт не рассматривает все вопросы безопасности, связанные с его использованием.

**Внимание!** Испытания, проводимые в соответствии с настоящим стандартом, должны выполняться персоналом, прошедшим соответствующее обучение.

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает газохроматографический метод определения содержания гексана, гептана, ацетальдегида, ацетона, метилацетата, этилацетата, метанола, изопропанола, акрилонитрила, н-пропанола, бутилацетата, изобутанола, н-бутанола, бензола, толуола, этилбензола, м-, о- и п-ксилолов, изопропилбензола, стирола, α-метилстирола, выделяющихся из образцов упаковки (укупорочного средства) в водную вытяжку, в диапазоне значений, приведенном в таблице 1.

Таблица 1 — Диапазон измеряемых массовых концентраций определяемого вещества, выделившегося из образца упаковки (укупорочного средства) в водную вытяжку

| Наименование вещества | Диапазон измеряемых массовых концентраций, мг/дм$^3$ | Наименование вещества | Диапазон измеряемых массовых концентраций, мг/дм$^3$ |
|---|---|---|---|
| Гексан | От 0,010 до 0,20 | Изобутанол | От 0,050 до 1,00 |
| Гептан | От 0,010 до 0,20 | н-Бутанол | От 0,050 до 1,00 |
| Ацетальдегид | От 0,050 до 1,00 | Бензол | От 0,005 до 0,10 |
| Ацетон | От 0,050 до 1,00 | Толуол | От 0,050 до 1,00 |
| Метилацетат | От 0,050 до 1,00 | Этилбензол | От 0,005 до 0,10 |
| Этилацетат | От 0,050 до 1,00 | м-Ксилол | От 0,005 до 0,10 |
| Метанол | От 0,10 до 1,00 | о-Ксилол | От 0,005 до 0,10 |
| Изопропанол | От 0,050 до 1,00 | п-Ксилол | От 0,005 до 0,10 |
| Акрилонитрил | От 0,005 до 0,10 | Изопропилбензол | От 0,005 до 0,10 |
| н-Пропанол | От 0,050 до 1,00 | Стирол | От 0,005 до 0,10 |
| Бутилацетат | От 0,050 до 1,00 | α-Метилстирол | От 0,005 до 0,10 |

**Издание официальное**

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.030—81 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Защитное заземление, зануление

ГОСТ 12.4.021—75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ OIML R 76-1—2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3022—80 Водород технический. Технические условия

ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-6—2003 * Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 5955—75 Реактивы. Бензол. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

ГОСТ 9293—74 (ИСО 2435—73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 17433—80 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

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

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28165—89 Приборы и аппараты лабораторные из стекла. Аквадистилляторы. Испарители. Установки ректификационные. Общие технические требования

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по каталогу, составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году.

Если ссылочные стандарты заменены (изменены), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться действующими взамен стандартами. Если ссылочные стандарты отменены без замены, то положение, в котором дана ссылка на них, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

## 3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **упаковка:** Изделие, которое используется для размещения, защиты, транспортирования, загрузки и разгрузки, доставки и хранения сырья и готовой продукции.

3.2 **укупорочное средство:** Изделие, предназначенное для укупоривания упаковки и сохранения ее содержимого.

## 4 Сущность метода

Метод определения массовых концентраций летучих органических веществ, выделившихся из образцов упаковки (укупорочного средства) в водную среду, основан на газохроматографическом анализе равновесной паровой фазы с применением дозатора равновесного пара на двух параллельно соединенных капиллярных колонках, двух пламенно-ионизационных детекторах (ПИД). Количественное определение веществ проводится по методу абсолютной градуировки.

---

* На территории Республики Беларусь действует СТБ ИСО 5725-6–2002.

## 5 Реактивы и оборудование

### 5.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование и лабораторная посуда

5.1.1 Хроматограф газовый, оснащенный двумя ПИД с линейным динамическим диапазоном не менее $10^7$ и пределом допускаемого значения относительного среднеквадратичного отклонения выходного сигнала не более 2 %, дозатором равновесного пара (ДРП).

5.1.2 Весы лабораторные по ГОСТ OIML R 76-1, специального класса точности, с пределом измерений 200 г и пределом допускаемой абсолютной погрешности однократного взвешивания не более ±0,0005 г.

5.1.3 Кварцевые капиллярные колонки:

- колонка длиной 60 м, внутренним диаметром 0,53 мм, со слоем неподвижной жидкой фазы — карбовакс 20М, зернением 1,0 мкм (например, ZB-Wax *);
- колонка длиной 60 м, внутренним диаметром 0,53 мм, со слоем неподвижной жидкой фазы — цианопропил-фенил с массовой долей 6 % и диметилполисилоксан с массовой долей 94 %, зернением 3,0 мкм (например, DB-624 *).

5.1.4 Аквадистиллятор по ГОСТ 28165.

5.1.5 Гигрометр-термометр цифровой с диапазоном измерений температуры от 0°С до плюс 60 °С и абсолютной погрешностью ±0,5°С, с диапазоном измерений влажности от 0 % до 98 %, с абсолютной погрешностью ±3 % (например, ГТЦ-1 *).

5.1.6 Барометр-анероид с диапазоном измерений 80–106 кПа, с пределами рабочей допускаемой погрешности ±0,2кПа (например, БАММ-1 *).

5.1.7 Лабораторная посуда:

- колбы мерные 2-100-2, 2-500-2 по ГОСТ 1770;
- колба коническая со шлифом Кн-2-100 по ГОСТ 25336;
- стакан Н-2-150 по ГОСТ 25336;
- цилиндр мерный 3-100-2 по ГОСТ 1770;
- пипетки 1-1-2-1, 1-1-2-2, 1-1-2-5, 1-1-2-10 по ГОСТ 29227.

5.1.8 Виалы вместимостью 20 $см^3$ (например, Headspace vial, 20 ml Flat Bottom 100/pk, Agilent, кат. № 5182-0837 *).

5.1.9 Обжимные или винтовые крышки с прокладками для парофазных виал (например, Cap, 20mm HS AL Climp, PTFE/S 100 PK, Agilent, кат. № 5183-4477 *).

### 5.2 Реактивы и материалы

5.2.1 Гексан с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.
5.2.2 Гептан с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.
5.2.3 Ацетальдегид с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.
5.2.4 Ацетон с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.
5.2.5 Метилацетат с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.
5.2.6 Этилацетат по ГОСТ 22300, х. ч.
5.2.7 Метанол по ГОСТ 6995, х. ч.
5.2.8 Изопропанол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.
5.2.9 Акрилонитрил с содержанием основного вещества не менее 99,5 %
5.2.10 н-Пропанол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.
5.2.11 Бутилацетат по ГОСТ 22300, х. ч.
5.2.12 Изобутанол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.
5.2.13 н-Бутанол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.
5.2.14 Бензол по ГОСТ 5955, х. ч.
5.2.15 Толуол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.
5.2.16 Этилбензол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.
5.2.17 м-Ксилол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.
5.2.18 о-Ксилол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.
5.2.19 п-Ксилол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.
5.2.20 Изопропилбензол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.
5.2.21 Стирол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.

* Данная информация приведена для удобства пользователя настоящего стандарта и не является рекомендацией по использованию данной продукции.

5.2.22 α-Метилстирол с содержанием основного вещества не менее 99,5 %.

5.2.23 Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166, х. ч.

5.2.24 Гелий газообразный сжатый с объемной долей основного вещества не менее 99,999 9 % в баллонах с редуктором, например, марки 6,0 * [1] (или азот газообразный по ГОСТ 9293, о. с. ч., с объемной долей основного вещества не менее 99,996 % в баллонах с редуктором).

5.2.25 Водород технический по ГОСТ 3022.

5.2.26 Воздух сжатый по ГОСТ 17433.

5.2.27 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечание – Допускается применение аналогичных средств измерений, вспомогательного оборудования, посуды и реактивов с метрологическими, техническими характеристиками и показателями качества не хуже, чем у приведенных выше.

## 6 Требования безопасности

При выполнении анализа и работы с химическими реактивами необходимо соблюдать требования безопасности по ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности по ГОСТ 12.1.030, а также требования, изложенные в технических документах на используемое оборудование и средства измерений.

Помещение лаборатории должно быть оснащено приточно-вытяжной вентиляцией по ГОСТ 12.4.021.

Содержание вредных веществ в воздухе помещения лаборатории не должно превышать допустимые значения по ГОСТ 12.1.005.

## 7 Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке результатов могут быть допущены лица, имеющие высшее или среднее специальное образование, опыт работы в химической лаборатории и с газовым хроматографом. Оператор должен быть знаком с устройством хроматографа и операциями, проводимыми при выполнении измерений и обработке результатов.

## 8 Условия выполнения измерений

При приготовлении растворов, подготовке проб и выполнении измерений соблюдают следующие условия окружающей среды:

- температура воздуха при работе — (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление — (84,0–106,7) кПа (630–800 мм ртутного столба);
- влажность воздуха — не более 80 %.

## 9 Подготовка к проведению измерений

Перед выполнением измерений должны быть проведены следующие работы: подготовка хроматографа и дозатора равновесного пара, капиллярных колонок, приготовление градуировочных растворов, идентификация пиков определяемых веществ, установление градуировочных характеристик, подготовка проб к измерениям.

### 9.1 Подготовка хроматографа, дозатора равновесного пара, капиллярных колонок

Подготовку хроматографа, дозатора равновесного пара проводят в соответствии с инструкциями по их эксплуатации.

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

Колонки предварительно кондиционируют, не соединяя выходные концы колонок с детекторами, в термостате хроматографа с расходом газа-носителя 3–5 $см^3$/мин, с программированием температуры от 50 °С до 230 °С, со скоростью 10°С/мин, выдерживая в течение 2 ч при 230°С. Входы в детекторы при этом заглушают графитовыми прокладками.

После охлаждения термостата колонок хроматографа выходные концы колонок подсоединяют к пламенно-ионизационным детекторам.

---

* Данная информация приведена для удобства пользователя настоящего стандарта и не является рекомендацией по использованию данной продукции.

Устанавливают необходимый режим работы хроматографа. Ниже приведены наиболее подходящие режимные параметры хроматографа при использовании колонок (см. 5.1.3):

- условия работы дозатора равновесного пара:
  - время термостатирования виалы с пробой — 40 мин;
  - температура термостата виалы с пробой — 80 °С;
  - время наддува виалы — 5 мин;
  - избыточное давление в виале — 0,07 МПа;
  - температура крана-дозатора — 135 °С;
  - время отбора пробы — 10 с;
  - объем вводимой дозы равновесного пара — 1–3 $см^3$;
- условия проведения газохроматографического анализа:
  - температура детектора (ПИД) — 250 °С;
  - температура испарителя — 250 °С;
- условия работы капиллярных колонок:
  - температура первого изотермического участка — 45 °С;
  - длительность первого изотермического участка — 7 мин;
  - скорость программирования температуры — 5 °С/мин;
  - температура второго изотермического участка — 160 °С;
  - длительность второго изотермического участка — 0 мин;
  - скорость программирования температуры — 30 °С;
  - температура третьего изотермического участка — 220 °С;
  - длительность третьего изотермического участка — 3 мин;
  - давление на входе в капиллярную колонку — 52,6 кПа;
  - расход газа-носителя на поддув детектора — 40 $см^3$/мин;
  - расход водорода — 40 $см^3$/мин;
  - расход воздуха — 400 $см^3$/мин;
  - общее время анализа — 35 мин.

Допускается проведение анализа в других условиях хроматографирования, обеспечивающих разделение определяемых веществ. Объем вводимой пробы зависит от чувствительности детектора.

Проверяют герметичность соединения газовых каналов.

Контролируют шум и дрейф нулевой линии на соответствие инструкции по эксплуатации прибора. Уровень флуктуационных шумов нулевого сигнала пламенно-ионизационного детектора должен быть не более $2 \times 10^{-14}$ А. Дрейф нулевого сигнала пламенно-ионизационного детектора должен быть не более $4 \times 10^{-13}$ А/ч. Если данные показатели не удовлетворяют установленным величинам, необходимо выявить и устранить причины.

### 9.2 Приготовление градуировочных растворов

#### 9.2.1 Исходные растворы ацетальдегида, ацетона, метилацетата, этилацетата, метанола, изо-пропанола, н-пропанола, бутилацетата, изобутанола, н-бутанола в воде

Исходные растворы ацетальдегида, ацетона, метилацетата, этилацетата, метанола, изопропанола, н-пропанола, бутилацетата, изобутанола, н-бутанола готовят раздельно.

В мерной колбе вместимостью 100 $см^3$, содержащей около 20 $см^3$ кипяченой дистиллированной воды с температурой 20 °С, взвешивают навеску массой 80–100 мг определяемого вещества с точностью до 0,1 мг. Доводят объем раствора кипяченой дистиллированной водой с температурой 20 °С до метки и тщательно перемешивают.

Точную массовую концентрацию определяемого вещества в каждом исходном растворе $C_1$, $мг/дм^3$, рассчитывают по формуле

$$C_1 = \frac{m \cdot p \cdot 1000}{V_1}, \quad (1)$$

где $m$ — масса навески определяемого вещества, мг;

$p$ — содержание основного вещества в долях единицы;

1 000 — коэффициент пересчета объема из $см^3$ в $дм^3$;

$V_1$ — вместимость мерной колбы, $см^3$.

Исходные растворы стабильны при хранении в колбах с притертыми пробками при температуре от 2 °С до 8 °С в течение 1 нед.

**9.2.2 Исходные растворы гексана, гептана, акрилонитрила, бензола, толуола, этилбензола, п-, м- и о-ксилолов, изопропилбензола, стирола, α-метилстирола в метаноле**

Исходные растворы гексана, гептана, акрилонитрила, бензола, толуола, этилбензола, п-, м- и о-ксилолов, изопропилбензола, стирола, α-метилстирола готовят раздельно.

В мерной колбе вместимостью 100 см$^3$, содержащей около 20 см$^3$ метилового спирта, взвешивают навески массой по 50–70 мг гексана, гептана, акрилонитрила, бензола, толуола, этилбензола, п-, м- и о-ксилолов, изопропилбензола, стирола, α-метилстирола с точностью до 0,1 мг. Доводят объем раствора метиловым спиртом до метки и тщательно перемешивают.

Точную массовую концентрацию определяемого вещества в каждом исходном растворе $C_1$, мг/дм$^3$, рассчитывают по формуле (1).

Исходные растворы стабильны при хранении в колбах с притертыми пробками при температуре от 2 °С до 8 °С в течение 1 мес.

**9.2.3 Совместный раствор № 1 с массовой концентрацией 10,0 мг/дм$^3$ ацетальдегида, ацетона, метилацетата, этилацетата, метанола, изопропанола, н-пропанола, бутилацетата, изобутанола, н-бутанола**

Совместный раствор № 1 готовят из исходных растворов ацетальдегида, ацетона, метилацетата, этилацетата, метанола, изопропанола, н-пропанола, бутилацетата, изобутанола, н-бутанола.

Объем каждого исходного раствора $V_c$, см$^3$, необходимый для получения заданной массовой концентрации определяемого вещества в совместном растворе, рассчитывают по формуле

$$V_c = \frac{C_2 \cdot V_2}{C_1}, \quad (2)$$

где $C_2$ — заданная массовая концентрация определяемого вещества в совместном растворе, мг/дм$^3$;

$V_2$ — вместимость мерной колбы, см$^3$;

$C_1$ — точная массовая концентрация исходного раствора, мг/дм$^3$.

Результат рассчитывают до третьего знака после запятой и округляют до второго знака после запятой.

Рассчитанные объемы исходных растворов вносят в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, содержащую около 20 см$^3$ кипяченой дистиллированной воды с температурой 20 °С, объем в колбе доводят до метки кипяченой дистиллированной водой с температурой 20 °С.

Совместный раствор стабилен при хранении в колбе с притертой пробкой при температуре от 2 °С до 8 °С в течение 3 сут.

**9.2.4 Совместный раствор № 2 с массовой концентрацией 1,00 мг/дм$^3$ акрилонитрила, бензола, этилбензола, п-, м- и о-ксилолов, изопропилбензола, α-метилстирола, стирола, 2 мг/дм$^3$ гексана, гептана и 10 мг/дм$^3$ толуола**

Совместный раствор № 2 готовят из исходных растворов гексана, гептана, акрилонитрила, бензола, толуола, этилбензола, п-, м- и о-ксилолов, изопропилбензола, стирола, α-метилстирола.

Объем каждого исходного раствора $V_c$, см$^3$, необходимый для получения заданной массовой концентрации определяемого вещества в совместном растворе, рассчитывают по формуле (2).

Результат рассчитывают до третьего знака после запятой и округляют до второго знака после запятой.

Рассчитанные объемы исходных растворов $V_c$, см$^3$, вносят в мерную колбу вместимостью 500 см$^3$, содержащую около 100 см$^3$ кипяченой дистиллированной воды с температурой 20 °С, объем в колбе доводят до метки кипяченой дистиллированной водой с температурой 20°С.

Совместный раствор стабилен при хранении в колбе с притертой пробкой при температуре от 2 °С до 8 °С в течение 3 сут.

**9.2.5 Градуировочные растворы**

Градуировочные растворы ацетальдегида, ацетона, метилацетата, этилацетата, метанола, изопропанола, н-пропанола, бутилацетата, изобутанола, н-бутанола готовят в мерных колбах вместимостью 100 см$^3$.

Для этого в каждую мерную колбу, содержащую около 20 см$^3$ кипяченой дистиллированной воды с температурой 20 °С, вносят совместный раствор № 1 в соответствии с таблицей 2, доводят объем до метки кипяченой дистиллированной водой с температурой 20 °С и тщательно перемешивают.

Срок хранения градуировочных растворов — не более 1 сут при хранении в колбах с притертыми пробками при температуре от 2 °С до 8 °С.

Таблица 2 — Схема приготовления градуировочных растворов ацетальдегида, ацетона, метилацетата, этилацетата, метанола, изопропанола, н-пропанола, бутилацетата, изобутанола, н-бутанола

| Номер градуировочного раствора | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Объем совместного раствора № 1, $см^3$ | 0,5 | 1,0 | 2,0 | 3,0 | 5,0 | 10,0 |
| Массовая концентрация вещества в растворе, $мг/дм^3$ | 0,050 | 0,10 | 0,20 | 0,30 | 0,50 | 1,00 |

Градуировочные растворы гексана, гептана, акрилонитрила, бензола, толуола, этилбензола, п-, м- и о-ксилолов, изопропилбензола, стирола, α-метилстирола готовят в мерных колбах вместимостью 100 $см^3$.

Для этого в каждую мерную колбу, содержащую около 20 $см^3$ кипяченой дистиллированной воды с температурой 20°С, вносят совместный раствор № 2 в соответствии с таблицей 3, доводят объем до метки кипяченой дистиллированной водой с температурой 20°С и тщательно перемешивают.

Срок хранения градуировочных растворов — не более 1 сут при хранении в колбах с притертыми пробками при температуре от 2 °С до 8 °С.

Таблица 3 — Схема приготовления градуировочных растворов гексана, гептана, акрилонитрила, бензола, толуола, этилбензола, п-, м- и о-ксилолов, изопропилбензола, стирола, α-метилстирола

| Номер градуировочного раствора | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Объем совместного раствора № 2, $см^3$ | 0,5 | 1,0 | 2,0 | 3,0 | 5,0 | 10,0 |
| Массовая концентрация акрилонитрила, бензола, этилбензола, п-, м- и о-ксилолов, изопропилбензола, стирола, α-метилстирола в растворе, $мг/дм^3$ | 0,005 | 0,010 | 0,020 | 0,030 | 0,050 | 0,10 |
| Массовая концентрация гексана, гептана в растворе, $мг/дм^3$ | 0,010 | 0,020 | 0,030 | 0,050 | 0,10 | 0,20 |
| Массовая концентрация толуола в растворе, $мг/дм^3$ | 0,050 | 0,10 | 0,20 | 0,30 | 0,50 | 1,00 |

### 9.3 Идентификация пиков определяемых веществ

Идентификацию пиков определяемых веществ проводят на каждом из каналов детекторов по времени удерживания при хроматографировании градуировочных растворов.

При проведении идентификации на двух каналах определяемые вещества обозначают одинаковым наименованием на каждом канале детектора. Время удерживания указывают с точностью до трех знаков после запятой, окно поиска не должно превышать ±1 %.

Градуировочный график строят на одном из каналов детекторов, где пересечение областей поиска с другими определяемыми веществами менее вероятно.

Пик на втором канале служит для более надежной и достоверной идентификации определяемого вещества. При этом необходимо следить за тем, чтобы площади пиков, соответствующие одному определяемому веществу на разных каналах, были близки друг другу.

Если на одном из каналов разделение пика анализируемого вещества с посторонними пиками при условиях хроматографирования, указанных в 9.1, невозможно, его идентификацию проводят по времени удерживания на одном канале.

Например, порядок выхода анализируемых веществ на капиллярных колонках ZB-Wax * и DB-624 * представлен в таблице 4. При использовании других колонок время удерживания может отличаться от указанного.

Таблица 4 — Ориентировочное время удерживания определяемых веществ на двух параллельных колонках

| ZB-Wax * | | DB-624 * | |
|---|---|---|---|
| Наименование вещества | Ориентировочное время удерживания, мин | Наименование вещества | Ориентировочное время удерживания, мин |
| Гексан | 2,977 | Ацетальдегид | 3,846 |
| Гептан | 3,406 | Метанол | 4,040 |
| Ацетальдегид | 3,564 | Ацетон | 6,141 |
| Ацетон | 4,943 | Изопропанол | 6,479 |
| Метилацетат | 5,179 | Метилацетат | 6,954 |
| Этилацетат | 6,617 | Акрилонитрил | 7,812 |
| Метанол | 6,991 | Гексан | 8,588 |
| Изопропанол | 8,034 | н-Пропанол | 9,367 |

* Данная информация приведена для удобства пользователя настоящего стандарта и не является рекомендацией по использованию данной продукции.

*Окончание таблицы 4*

| ZB-Wax * | | DB-624 * | |
|---|---|---|---|
| Наименование вещества | Ориентировочное время удерживания, мин | Наименование вещества | Ориентировочное время удерживания, мин |
| Бензол | 8,560 | Этилацетат | 10,851 |
| Акрилонитрил | 10,752 | Изобутанол | 12,917 |
| н-Пропанол | 12,642 | Бензол | 13,034 |
| Толуол | 12,654 | Гептан | 13,810 |
| Бутилацетат | 13,899 | н-Бутанол | 14,851 |
| Изобутанол | 14,810 | Толуол | 18,696 |
| Этилбензол | 16,145 | Бутилацетат | 21,179 |
| п-Ксилол | 16,482 | Этилбензол | 23,111 |
| м-Ксилол | 16,750 | п-Ксилол | 23,385 |
| н-Бутанол | 16,873 | м-Ксилол | 23,385 |
| Изопропилбензол | 18,001 | о-Ксилол | 24,208 |
| о-Ксилол | 18,543 | Стирол | 24,208 |
| Стирол | 21,300 | Изопропилбензол | 24,904 |
| α-Метилстирол | 23,470 | α-Метилстирол | 25,683 |

### 9.4 Установление градуировочных характеристик

Градуировочные характеристики, выражающие зависимость площади (высоты) хроматографического пика от массовой концентрации каждого определяемого вещества в растворе, устанавливают по трем сериям из шести растворов.

По 10 $см^3$ каждого градуировочного раствора помещают в виалу, содержащую 1 г безводного сернокислого натрия, герметизируют специальной крышкой, помещают виалу в термостат ДРП и проводят анализ при условиях, приведенных в 9.1.

Для установления градуировочных характеристик используют программное обеспечение прибора. Градуировочные графики описывают линейной зависимостью вида Y = bx площади (высоты) пика от массовой концентрации вещества в диапазонах массовой концентраций в соответствии с таблицами 2 и 3.

Градуировку проводят раз в три месяца, а также после ремонта хроматографа.

Проверку стабильности времени удерживания определяемых веществ и стабильности градуировочного графика проводят перед началом каждой серии анализов при периодической работе либо после 20 анализов при непрерывной работе хроматографа путем хроматографирования градуировочных растворов № 2, полученных согласно таблицам 2 и 3.

Градуировочный график считается пригодным для выполнения измерений, если относительное расхождение между найденным по градуировочной зависимости значением массовых концентраций веществ, содержащихся в градуировочном растворе № 2, $C_{изм}$ и приписанных им массовых концентраций $C_x$ не превысит норматива стабильности $K$:

$$\frac{|C_{изм} - C_x|}{C_x} 100\ \% \le K. \qquad (3)$$

Норматив стабильности представлен в таблице 5.

Таблица 5 — Норматив стабильности градуировочного графика

| Наименование вещества | $K$, % | Наименование вещества | $K$, % |
|---|---|---|---|
| Гексан | 12,0 | Гептан | 12,0 |
| Метилацетат | | Акрилонитрил | |
| Этилацетат | | Бензол | |
| Бутилацетат | | Толуол | |
| н-Пропанол | | Этилбензол | |
| Метанол | 10,0 | м-Ксилол | |
| Изопропанол | | о-Ксилол | |
| Изобутанол | | п-Ксилол | |
| н-Бутанол | | Изопропилбензол | |
| Ацетальдегид | | Стирол | |
| Ацетон | | α-Метилстирол | |

* Данная информация приведена для удобства пользователя настоящего стандарта и не является рекомендацией по использованию данной продукции.

### 9.5 Подготовка проб к измерениям

Образец упаковки (укупорочных средств) при необходимости очищают от загрязнений, которые могут быть на поверхности, путем погружения его последовательно в две емкости с дистиллированной водой. Затем испытуемый образец упаковки (укупорочного средства) помещают в стеклянную емкость с дистиллированной водой.

Соотношение площади поверхности испытуемого образца (с учетом площади всех его поверхностей) и объема модельной среды должно составлять 2 : 1.

При проведении испытания образца упаковки (укупорочных средств), изготовленного из комбинированных материалов, определение проводят только из слоя, непосредственно контактирующего с упаковываемой продукцией.

Продолжительность контакта испытуемого образца с модельной средой, а также температурный режим устанавливают в соответствии с требованиями [2] и (или) нормативных документов, действующих на территории государства, принявшего стандарт.

Контрольную пробу выдерживают в условиях, аналогичных с испытуемыми образцами.

При наличии в модельных средах, контактировавших с образцом, изменения прозрачности и цвета данный образец не подлежит дальнейшему испытанию; данные об изменении прозрачности и цвета заносят в протокол испытания.

Срок хранения проб — не более 1 сут при температуре от 2 °С до 8 °С в виалах для парофазного анализа.

## 10 Проведение измерений

После выхода хроматографа и дозатора равновесного пара на режим 10 см$^3$ пробы водной вытяжки помещают в виалу, содержащую 1 г безводного сернокислого натрия, герметизируют специальной крышкой, помещают виалу в термостат ДРП и проводят анализ при условиях, приведенных в 9.1.

Предварительно хроматографируют контрольную пробу (дистиллированную воду).

По окончании хроматографического анализа проводят идентификацию по времени удерживания и вычисление массовых концентраций определяемых веществ.

## 11 Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию $C$ каждого определяемого вещества, содержащегося в водной вытяжке, рассчитывают по установленным в 9.4 индивидуальным градуировочным зависимостям с помощью системы обработки данных.

Если при измерении контрольной пробы обнаружено присутствие пиков одного или нескольких определяемых веществ, то полученные массовые концентрации этих веществ вычитают из значений массовых концентраций соответствующих веществ в вытяжке.

За результат измерения принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений $\overline{C}$:

$$\overline{C} = \frac{C_1 + C_2}{2}, \quad (4)$$

где $C_1$, $C_2$ — значения массовых концентраций определяемого вещества в двух параллельных вытяжках из одного образца упаковки (укупорочного средства), мг/дм$^3$.

Вычисления массовых концентраций определяемых веществ, выделившихся в водную вытяжку, выполняют в диапазоне измерений от 0,005 до 0,10 мг/дм$^3$ с точностью до четвертого десятичного знака, с округлением окончательного результата измерений до третьего знака, в диапазоне от 0,10 до 1,00 мг/дм$^3$ с точностью до третьего десятичного знака, с округлением до второго, если выполнено условие приемлемости по 12.2.

Окончательный результат измерения массовой концентрации гексана, гептана, ацетальдегида, ацетона, метилацетата, этилацетата, метанола, изопропанола, акрилонитрила, н-пропанола, бутилацетата, изобутанола, н-бутанола, бензола, толуола, этилбензола, м-, о- и п-ксилолов, изопропилбензола, стирола, α-метилстирола, выделившихся из образцов упаковки (укупорочного средства) в водную вытяжку, представляют в следующем виде:

$$\overline{C} \pm U, \text{ мг/дм}^3, \quad (5)$$

где $U$ — расширенная неопределенность, мг/дм$^3$.

Расширенную неопределенность измерения массовой концентрации определяемого вещества, выделяющегося из образца упаковки (укупорочного средства) в водную вытяжку, в абсолютном виде вычисляют по формуле

$$U = \left(U/C\right) \cdot \overline{C} \cdot 0{,}01, \quad (6)$$

где $U/C$ — относительная расширенная неопределенность измерений массовых концентраций определяемых веществ, выделившихся из образца упаковки (укупорочного средства) в водную вытяжку, которая не должна превысить значения, указанные в таблице 6;

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

За отсутствие принимается массовая концентрация определяемого вещества, выделившегося из образца упаковки (укупорочного средства) в водную вытяжку, значение которой менее указанного в таблице 1 минимального значения диапазона определяемых концентраций.

## 12 Контроль точности результатов измерений

### 12.1 Метрологические характеристики метода

Метод обеспечивает получение результатов измерения с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 6, при доверительной вероятности $P$ = 0,95, коэффициенте охвата $k$ = 2.

Таблица 6 — Показатели прецизионности и относительная расширенная неопределенность результатов измерений при доверительной вероятности $P$ = 0,95, коэффициенте охвата $k$ = 2

| Наименование вещества | Диапазон измеряемых массовых концентраций, мг/дм$^3$ | Предел повторяемости $r$, % | Предел промежуточной прецизионности $r_{I(TO)}$, % | Относительная расширенная неопределенность $U/C$, % |
|---|---|---|---|---|
| Гексан | От 0,010 до 0,20 | 25 | 38 | 28 |
| Гептан | | | | |
| Метанол | От 0,10 до 1,00 | 27 | 36 | 27 |
| Ацетальдегид | От 0,050 до 1,00 | 27 | 36 | 27 |
| Ацетон | | | | |
| Метилацетат | | | | |
| Этилацетат | | | | |
| Изопропанол | | | | |
| н-Пропанол | | | | |
| Бутилацетат | От 0,050 до 1,00 | 27 | 36 | 27 |
| Изобутанол | | | | |
| н-Бутанол | | | | |
| Толуол | | | | |
| Акрилонитрил | От 0,005 до 0,10 | 22 | 36 | 25 |
| Бензол | | | | |
| Этилбензол | | | | |
| м-Ксилол | | | | |
| о-Ксилол | | | | |
| п-Ксилол | | | | |
| Изопропилбензол | | | | |
| Стирол | | | | |
| α-Метилстирол | | | | |

### 12.2 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов измерений массовых концентраций гексана, гептана, ацетальдегида, ацетона, метилацетата, этилацетата, метанола, изопропанола, акрилонитрила, н-пропанола, бутилацетата, изобутанола, н-бутанола, бензола, толуола, этилбензола, м-, о- и п-ксилолов, изопропилбензола, стирола, α-метилстирола, выделившихся из образца упаковки (укупорочного средства) в водную вытяжку, полученных в условиях повторяемости, проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6.

Если относительное значение разности между результатами двух параллельных определений не превышает предела повторяемости, то все результаты параллельных определений признаются приемлемыми и конечный результат определения является их среднеарифметическим значением:

$$\frac{|C_2 - C_1| \cdot 100}{\overline{C}} \le r, \quad (7)$$

где $C_1$, $C_2$ — значение результатов параллельных определений в условиях повторяемости, мг/дм$^3$;

$\overline{C}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, рассчитанное по формуле (2), мг/дм$^3$;

$r$ — предел повторяемости для двух параллельных определений, значение которого приведено в таблице 6, %.

При невыполнении условия (5) контроль повторяют. При повторном превышении указанного норматива должны быть выяснены и устранены причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля повторяемости.

### 12.3 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности

Проверку приемлемости результатов измерений массовой концентрации определяемых веществ, выделившихся из образца упаковки (укупорочного средства) в водную вытяжку, полученных в условиях промежуточной прецизионности, проводят с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6.

Значение относительной разности между двумя результатами испытаний, полученными в условиях промежуточной прецизионности, не должно превышать предел промежуточной прецизионности.

Результаты измерений, проведенных в условиях промежуточной прецизионности, считают приемлемыми при условии:

$$\frac{|C_2 - C_1| \cdot 100}{\overline{C}} \le r_{I(TO)}, \quad (8)$$

где $C_1$, $C_2$ — значения двух массовых концентраций определяемого вещества, полученные в условиях промежуточной прецизионности, мг/дм$^3$;

$\overline{C}$ — среднеарифметическое значение результатов двух определений, мг/дм$^3$;

$r_{I(TO)}$ — предел промежуточной прецизионности, значение которого приведено в таблице 6, %.

Результаты измерений должны быть получены с изменяющимися факторами «оператор» — «время».

При невыполнении условия (6) контроль повторяют. При повторном превышении указанного норматива должны быть выяснены и устранены причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля промежуточной прецизионности.

## 13 Отчет об испытаниях

Отчет об испытаниях должен включать следующее:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) детальную информацию, необходимую для полной идентификации образца упаковки (укупорочного средства);

c) информацию, касающуюся подготовки проб к измерениям в соответствии с 9.5;

d) значение массовой концентрации гексана, гептана, ацетальдегида, ацетона, метилацетата, этилацетата, метанола, изопропанола, акрилонитрила, н-пропанола, бутилацетата, изобутанола, н-бутанола, бензола, толуола, этилбензола, м-, о- и п-ксилолов, изопропилбензола, стирола, α-метилстирола в водной вытяжке, рассчитанное и выраженное в соответствии с разделом 11, или указание об отсутствии определяемого вещества;

e) запись об изменении прозрачности и цвета и о прекращении испытания (при необходимости);

f) любое отклонение, по соглашению или иное, от установленного метода.

## Библиография

[1] ТУ 0271-001-45905715-02 Гелий газообразный высокой чистоты (сжатый)

[2] ТР ТС 005/2011 О безопасности упаковки (приложение 2)

УДК 621.798.08:543.544.3(083.74)(476) МКС 71.040.99; 55.020

Ключевые слова: упаковка, укупорочные средства, газовая хроматография, гексан, гептан, ацетальдегид, ацетон, метилацетат, этилацетат, метанол, изопропанол, акрилонитрил, н-пропанол, бутилацетат, изобутанол, н-бутанол, бензол, толуол, этилбензол, м-, о- и п-ксилолы, изопропилбензол, стирол, α-метилстирол

gost.e-ecolog.ru