|  |
| --- |
|  **ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ****(ЕАСС)** **EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION****(ЕАSC)** |
|  | **МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ****СТАНДАРТ** |  **ГОСТ***(проект, RU,* *первая**редакция)* |

**Продукция, предназначенная для детей и подростков**

**Газохроматографическое определение**

**некоторых летучих органических веществ в воздухе испытательной камеры и замкнутых помещений**

**(ароматические углеводороды, гексан, гептан, стирол)**

**Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его утверждения**

**Минск**

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

**202**

**Предисловие**

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

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

**Сведения о стандарте**

1 РАЗРАБОТАН Ассоциацией предприятий индустрии детских товаров «АИДТ» (Ассоциация «АИДТ») совместно с 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 Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от № )

За принятие стандарта проголосовали:

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

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.*

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

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

**Содержание**

1 Область применения ................................................................................................

2 Нормативные ссылки ...............................................................................................

3 Сущность метода .....................................................................................................

4 Требования безопасности и охраны окружающей среды ....................................

5 Требования к квалификации операторов .............................................................

6 Требования к условиям выполнения измерений ...................................................

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

8 Подготовка к выполнению измерений ………………………………………………

9 Идентификация определяемых веществ на двух каналах детекторов …………….

# 10 Подготовка и кондиционирование проб для анализа ………………………………

11 Выполнение измерений ……………………………………………………………………

12 Обработка результатов измерений……………………………………………………….

13 Проверка приемлемости результатов параллельных определений…………….

14 Требования к показателям точности измерений ……………………………………….

15 Представления результатов измерений ……………………………………………. …..

16 Контроль качества результатов измерений...................................................................

17 Приложение А (справочное) Физико-химические свойства определяемых веществ .

18 Приложение Б (справочное) Примеры хроматограмм градуировочных растворов ..

19 Приложение В (справочное) Блок-схема проведения анализа ..................................

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**

|  |
| --- |
| **Продукция, предназначенная для детей и подростков** **Газохроматографическое определение****некоторых летучих органических веществ в воздухе****испытательной камеры и замкнутых помещений****(ароматические углеводороды, гексан, гептан, стирол)**Products intended for children and teenagers. Gas chromatographic determination of certain volatile organic substances in the air of the test chamber and enclosed spaces (aromatic hydrocarbons, hexane, heptane, styrene) |

 **Дата введения – 202**

# 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод капиллярной газовой хроматографии для определения содержания стирола, гексана, гептана, бензола, толуола, м-ксилола, п-ксилола, о-ксилола, этилбензола, изо-пропилбензола, н-пропилбензола, α-метилстирола, бензальдегида в воздухе испытательной камеры и замкнутых помещений в диапазоне концентраций:

- для стирола - от 0,001 до 0,012 мг/м3 включительно;,

- гексана, гептана, бензола, толуола, м-ксилола, п-ксилола, о-ксилола, этилбензола, изо-пропилбензола, н-пропилбензола, α-метилстирола, бензальдегида – от 0,005 до 0,06 мг/м3 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

## 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 6995 Реактивы. Метанол-яд. Технические условия

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

[ГОСТ 29227](https://www.standards.ru/document/4146181.aspx) (ИСО 835-1–81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

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

ГОСТ ИСО 5725-6 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 (www.easc.by) или по указателям национальных стандартов, издаваемых 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 концентрировании летучих органических соединений (ЛОС) из воздушной среды на твердый сорбент, находящийся в сорбционной трубке (СТ), с последующей термической десорбцией, газохроматографическом разделении на двух параллельных кварцевых капиллярных колонках с нанесенными на них неподвижными жидкими фазами (НЖФ) разной полярности, детектировании веществ с помощью пламенно-ионизационных детекторов, идентификации веществ по их временам удерживания и количественному определению методом абсолютной градуировки.

Диапазон измеряемых массовых концентраций определяемых веществ в анализируемом объеме пробы указан в таблице 1.

Таблица 1

|  |  |
| --- | --- |
| Наименование вещества | Диапазон измеряемых концентраций, мг/м3 |
| Гексан | 0,005-0,060 |
| Гептан |
| Бензол |
| Толуол  |
| Этилбензол |
| п-Ксилол |
| м-Ксилол |
| изо-Пропилбензол  |
| о-Ксилол |
| н-Пропилбензол |
| α-Метилстирол |
| Бензальдегид |
| Стирол | 0,001 – 0,012 |

Продолжительность проведения хроматографического анализа составляет ориентировочно 37 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

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 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.

Требования к образованию прописывают в должностной инструкции, степень освоения метода (знания принципа действия и правил эксплуатации оборудования, способность воспроизводить методику с необходимой точностью) проверяется квалифицированным лицом и отражается во внутренней документации организации.

#

# 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, 250 мкл.

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

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 600 г, с пределом допустимой погрешности не более ±0,01 г по ГОСТ OIML R 76-1.

Посуда лабораторная стеклянная по ГОСТ 29227.

Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5, 10, 25 см3по ГОСТ 29227, 2-го класса точности.

Колбы мерные с притертыми пробками вместимостью 50, 100 см3 по ГОСТ 1770, 2-го класса точности.

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**

Фильтр из комплекта хроматографа для очистки газовых потоков, питающих хроматограф, с расходом очищаемого воздуха не более 600 мл/мин.

Примечание – Применение фильтра для очистки воздуха позволяет уменьшить уровень флуктуационных шумов ПИД.

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

Колонка кварцевая капиллярная № 2 длиной 60 м, внутренним диаметром
0,53 мм, со слоем неподвижной жидкой фазы – фенилполисилоксан – 5 % и диметилполисилоксан – 95 % толщиной 3,0 мкм.

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

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

Термодесорбер (ТДС).

Устройство ввода в сорбционную трубку.

Стеклянные сорбционные трубки (СТ), подходящие под конструкцию термодесорбера, заполненные графитированным углем, фракции 0,18-0,25 мм (60-80 меш) с удельной поверхностью 100 м2/г, с максимальной рабочей температурой 400.0С.

Примечание – Ориентировочный размер СТ: длина 110 мм, диаметр наружный 5 мм, внутренний - 2,3-2,4 мм, масса сорбента 16 г, высота слоя 60-65 мм. Расстояние от конца СТ, через который входит проба воздуха, до слоя сорбента 20 мм.

Контейнеры из нержавеющей стали для хранения СТ с тефлоновыми уплотнительными прокладками.

Пробоотборное устройство, диапазон отбора которого включает возможность отбора 100 см3/мин с пределом допустимой погрешности ± (5-7)%

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

Компрессор воздушный.

Регулятор давления баллонный (гелиевый).

Шланги силиконовые

## 7.3 Реактивы и материалы

Метанол для ВЭЖХ градиентный по ГОСТ 6995-77 с изм. 1 и 2 .

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

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

Этилбензол 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.

изо-Пропилбензол (кумол) с содержанием основного вещества не менее

99,5 %, х.ч.

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

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

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

α-Метилстирол, аналитический стандарт с содержанием действующего 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.

Бензальдегид, аналитический стандарт с содержанием действующего вещества не менее 99,0%

Уголь активный СКТ-4 (фр. 1-2 мм) или молекулярные сита 13Х (фр. 1-2 мм)

Гелий газообразный (сжатый), в. ч., с объемной долей гелия не менее 99,9999%.

Клей полиамидный для склеивания капиллярных колонок.

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 кварцевым деактивированным капилляром с помощью специального разветвителя (Y-коннектора), в котором поток газа-носителя делится пополам и попадает в каждую капиллярную колонку. Затем свободный конец кварцевого деактивированного капилляра соединяют с одним испарителем.

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,термодесорбера**

8.2.1 Подготовку хроматографа проводят в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

8.2.2 Подготовку термодесорбера (ТДС) проводят в соответствии с инструкцией по его эксплуатации. Время нагрева ТДС до 250 0С не должно превышать 30 сек.

8.2.3 Ориентировочные условия проведения газохроматографического анализа:

Условия работы термодесорбера:

- время термостатирования СТ ………………………………………..…30 сек

- температура печи ТДС ………………………………………………… 250 °С.

 - расход газа-носителя (гелий) через СТ,

находящуюся в печи ТДС ……………………………………………. 20,0 см3/мин

Условия проведения газохроматографического анализа:

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

- температура испарителя …………………………………………………250 °С.

8.2.4. Условия для капиллярных колонок:

- температура первого изотермического участка ……………………..45 °С;

- длительность первого изотермического участка …………………….5 мин;

- скорость программирования температуры …………………………..5 °С/мин;

- температура второго изотермического участка ……………………...180 °С;

- длительность второго изотермического участка …………………….0 мин;

- скорость программирования температуры …………………………..12 °С/мин;

- температура третьего изотермического участка …………………….216 °С;

- длительность третьего изотермического участка …………………...4 мин;

- линейная скорость газа-носителя (гелия) ……………………………12 см3/мин;

- давление на входе в капиллярную колонку ………………………….52,6 кПа;

- сброс газа-носителя ……………………………………………………...10 см3/мин;

- поддув газа-носителя (на 2 ПИД) ………………………………….......40 см3/мин;

- расход водорода (на 2 ПИД) ……………………………………………40 см3/мин

- расход воздуха (на 2 ПИД) ………………………………………….....400 см3/мин;

- ориентировочное время анализа ……………………………….…….37 мин.

## 8.3 Подготовка посуды

Посуду, используемую при приготовлении градуировочных растворов, тщательно моют с поверхностно-активным моющим средством. После этого посуду замачивают на 3–4 ч в 3 %-ном растворе двухромовокислого калия в серной кислоте и отмывают в проточной водопроводной воде. После ополаскивания дистиллированной водой посуду сушат в сушильном шкафу. После охлаждения посуды колбы закрывают притертыми пробками.

Примечание – Допускаются иные способы мытья посуды с применением других средств, обеспечивающих ее чистоту.

**8.4 Приготовление и подготовка к работе сорбционных трубок**

8.4.1.При приготовлении и подготовке к работе сорбционных трубок (СТ) следует руководствоваться ГОСТ Р ИСО 16017 – 1 «Воздух атмосферный, рабочей зоны и замкнутых помещений. Отбор проб летучих органических соединений при помощи сорбционной трубки с последующей термодесорбцией и газохроматографическим анализом на капиллярных колонках».

8.4.2 При первичном кондиционировании сорбента СТ помещают в печь ТДС. После стабилизации потока газа-носителя печь нагревают до 300оС и выдерживают в течение 60 мин при скорости потока 60 см3/мин через каждую СТ. Запрещается проводить первоначальную чистку СТ при подсоединении печи ТДС к капиллярной колонке.

Примечание – Допускается для чистки и кондиционирования СТ применять отдельный десорбер, что позволяет проводить операцию очистки для нескольких СТ сразу..

8.4.3 Проверке на чистоту сорбента подвергаются как новые, так и использованные СТ.

Подготовленные к работе СТ, находящиеся в контейнерах из комплекта термодесорбера, хранят в герметичной таре (типа эксикатора), в которую при длительном хранении необходимо положить 2-3 мешочка с молекулярными ситами 13Х или активным углем. Уплотняющие прокладки в накидных гайках контейнеров должны быть тефлоновые.

**8.6 Проверка чистоты сорбционных трубок, газоносителя и газохроматографической системы в целом.**

Для проверки чистоты сорбционных трубок, газоносителя игазохроматографической системы в целом проводят весь цикл анализа.

При обнаружении веществ определяемых данным методом, выявляют и устраняют источники загрязнения проводят повторный анализ.

#  8.7 Приготовление градуировочных растворов

Приготовление градуировочных растворов проводят весовым или объемным способом. Вскрытые ампулы с реактивами хранят в герметично укупоренных флаконах при температуре 4 °С – 8 °С не более одного года, если в документации на них не указаны другие условия хранения. Физико-химические свойства определяемых веществ приведены в приложении А.

8.7.1 Приготовление исходных градуировочных растворов

Исходный раствор гексана, гептана, бензола, толуола, этилбензола, м-, п-, о-ксилолов, изо-пропилбензола, н-пропилбензола, стирола, α-метилстирола, бензальдегида готовится в соответствии с таблицей 2. Приведенные в таблице 2 массы гексана, гептана, бензола, толуола, этилбензола, п-, м-, о-ксилолов, изо-пропилбензола, н-пропилбензола, стирола, α-метилстирола, бензальдегида вносят (начиная с наименее летучего) в одну мерную колбу вместимостью 100 см3, доводят уровень метиловым спиртом до метки и тщательно перемешивают. Для перемешивания рекомендуется использовать ультразвуковую ванну. Концентрация стирола в исходном растворе равна 0,1 мг/см3, а остальных веществ – 0,5 мг/см3. Срок хранения исходного раствора - 6 месяцев при 4 0С - 8 0С. При повторном использовании приготовленные растворы выдерживают при комнатной температуре 1 ч и перемешивают.

.

Таблица 2 - Массы веществ, содержащиеся в исходном растворе

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| № п/п | Вещество | Масса вещества, внесенная в раствор, мг | Объем вещества\* (200С), внесенный в раствор, мм3 |
| 1. | Гексан | 50 | 75,85 |
| 2. | Гептан | 50 | 73,1 |
| 3. | Бензол | 50 | 56,9 |
| 4. | Толуол  | 50 | 57,65 |
| 5. | Этилбензол | 50 | 57,65 |
| 6. | п-Ксилол | 50 | 58,05 |
| 7. | м-Ксилол | 50 | 57,85 |
| 8. | изо-Пропилбензол  | 50 | 58,0 |
| 9. | о-Ксилол | 50 | 56,8 |
| 10. | н-Пропилбензол | 50 | 58,0 |
| 11. | Стирол | 10 | 11,0 |
| 12. | α-Метилстирол | 50 | 54,9 |
| 13. | Бензальдегид | 50 | 47,7 |

 \*данные носят справочный характер.

8.7.2 Приготовление рабочих градуировочных растворов

В мерную колбу вместимостью 50 см3 в соответствии с Таблицей 3 вносят

исходный раствор определяемых веществ, доводят метиловым спиртом до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 3 – Растворы для установления градуировочных характеристик при определении концентраций гексана, гептана, бензальдегида и ароматических углеводородов в воздухе

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Номер раствора | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| Объём исходного раствора, см3 | 1,25 | 2,5 | 5,0 | 7,5 | 10,0 | 15,0 |
| Концентрация вещества в градуировочном растворе, мг/см3 |
| Гексан, гептан, бензол, толуол, этилбензол, п-, м-, о-ксилол, изо-пропилбензол, н-пропилбензол, α- метастирол, бензальдегид | 0,0125 | 0,025 | 0,05 | 0,075 | 0,10 | 0,15 |
| стирол | 0,0025 | 0,005 | 0,01 | 0,015 | 0,02 | 0,03 |
| Масса вещества на сорбенте сорбционной трубки, мкг |
| Гексан, гептан, бензол, толуол, этилбензол,п-, м-, о-ксилол, изо-пропилбензол,н-пропилбензол,α- метастирол, бензальдегид | 0,0125 | 0,025 | 0,05 | 0,075 | 0,10 | 0,15 |
| стирол | 0,0025 | 0,005 | 0,01 | 0,015 | 0,02 | 0,03 |
| Концентрация вещества в воздухе при отборе 2,5 л воздуха, мг/м3 |
| Гексан, гептан, бензол, толуол, этилбензол,п-, м-, о-ксилол, изо-пропилбензол,н-пропилбензол,α- метастирол, бензальдегид | 0,005 | 0,010 | 0,020 | 0,030 | 0,040 | 0,060 |
| стирол | 0,001 | 0,002 | 0,004 | 0,006 | 0,008 | 0,012 |

Срок хранения градуировочных растворов не более 6 месяцев при температуре 4 0С - 8 0С. При повторном использовании приготовленные растворы выдерживают при комнатной температуре 1 час и перемешивают.

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

**8.8Установление градуировочных характеристик**

## Градуировочные характеристики устанавливают с помощью градуировочных растворов. Градуировочные растворы необходимо менять каждые 6 мес или ранее, если наблюдается расхождение с полученной при первоначальной градуировке зависимостью.

**8.8.1 Нанесение градуировочного раствора на сорбент СТ**

1 мм3 градуировочного раствора (таблица 3) микрошприцем с помощью устройства ввода в СТ наносят на поверхность сорбента, проткнув иглой стекловату и введя иглу микрошприца в глубину сорбента. После нанесения раствора на сорбент СТ устанавливают в тракт для продувки инертным газом сорбционных трубок, концом противоположным тому, на который нанесли пробу и продувают в течение 2-3 минут со скоростью 50 см3/мин (для сдува с СТ растворителя).

**8.8.2  Градуировка хроматографа**

По окончании продувки сорбционную трубку с нанесенными на нее из градуировочного раствора веществами помещают в печь ТДС и присоединяют линию подачи газа-носителя. После стабилизации расхода газа-носителя и выхода хроматографа на рабочий режим начинают этап «Анализ» в соответствии с инструкцией по эксплуатации ТДС и хроматографа. Ориентировочные условия проведения газохроматографического анализа указаны в п. 8.2.4..

На полученной хроматограмме измеряют площади пиков определяемых веществ и по средним результатам из трех измерений строят градуировочные характеристики, выражающие зависимость площади пика на хроматограмме от концентрации вещества в воздухе (при отборе 2,5 л воздуха).

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

По окончании этапа «Анализ» проводят идентификацию определяемых веществ на двух каналах детекторов. Это необходимо для более надежной и достоверной идентификации при анализе многокомпонентных проб, когда одного параметра (времени удерживания компонента на одной колонке) недостаточно. Для проведения идентификации веществ на двух каналах создают вещества с одинаковым наименованием на каждом канале детектора.

Идентификацию каждого определяемого вещества 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».

При интерпретации хроматограмм необходимо соблюдать следующие правила:

- время удерживания веществ 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 веществ;

- статус «Основной» для определяемого вещества следует выбирать на том канале, где это вещество лучше отделяется от других анализируемых веществ и посторонних пиков. На втором канале, где пересечение областей поиска с другими веществами более вероятно, данное вещество будет носить статус «Подтверждающий»;

- если различие заданного времени удерживания двух веществ от реального времени удерживания пика одинаково, предпочтение в идентификации будет отдано веществу с меньшим окном поиска. Это может быть использовано оператором как искусственный прием, например, если присутствие одного вещества в анализируемой пробе более вероятно, чем второго в соответствии с составом анализируемого материала. Для использования этого приема двум близко элюируемым веществам 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 вещества, 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 времен удерживания веществ, идентифицированных программой, с ориентировочными временами удерживания веществ, содержащимися в таблице 4. При этом необходимо внимательно следить за тем, чтобы площади пиков, соответствующие одному веществу на разных каналах, были близки друг к другу.

Таблица 4 – Ориентировочное время удерживания и порядок выхода веществ на двух параллельных капиллярных колонках

|  |  |
| --- | --- |
| Колонка № 1 | Колонка № 2 |
| Наименование вещества | Времена удерживания, мин | Наименование вещества | Времена удерживания, мин |
| Гексан | 3.866 | Гексан | 10.246 |
| Гептан | 4.345 | Гептан | 14.435 |
| Бензол | 9.032 | Бензол | 13.024 |
| Толуол | 12.116 | Толуол | 17.586 |
| Этилбензол | 14.916 | Этилбензол | 21.536 |
| п-Ксилол | 15.198 | п-Ксилол | 21.843 |
| м-Ксилол | 15.401 | м-Ксилол | 21.843 |
| изо-Пропилбензол | 16.361 | изо-Пропилбензол | 23.992 |
| о-Ксилол | 16.830 | о-Ксилол | 22.839 |
| н-Пропилбензол | 17.489 | н-Пропилбензол | 25.092 |
| Стирол | 19.071 | Стирол | 22.705 |
| α-Метилстирол | 21.174 | α-Метилстирол | 26.051 |
|  Бензальдегид | 26.581 | Бензальдегид | 25.357 |

 Примеры хроматограмм градуировочных растворов приведены в приложении Б.

# 10 Подготовка и кондиционирование проб для анализа

При отборе проб воздуха следует руководствоваться:

10.1 Размещения в климатическую камеру проб из образцов материалов и изделий проводят при определенной экспозиции, температурном режиме и отношении площади (м2), массы образца (г) к объему климатической камеры (м3)в соответствии с нормативными документами, действующими на территории государства, принявшего стандарт.

10,2 Отбор пробы воздуха из климатической камеры через СТ производится со скоростью 100 см3/мин с помощью пробоотборного устройства. Время отбора пробы – 25 минут. Общий объем пропущенного через сорбционную трубку воздуха – 2,5 дм3 . Для каждой точки отбирают одновременно две пробы. При отборе пробы воздуха фиксируют температуру и давление окружающей среды.

После отбора пробы воздуха СТ отсоединяют от пробоотборника, и помещают в специальный контейнер из нержавеющей стали для хранения. Проба в сорбционной трубке в стандартном контейнере с тефлоновыми уплотнениями может храниться перед анализом в герметичной таре (типа эксикатор) в течение трех суток.

До проведения анализа все образцы материалов и изделий выдерживают в открытом виде (без упаковки) при комнатной температуре и естественном воздухообмене не менее 24 ч.

# 11 Выполнение измерений

После отбора пробы воздуха сорбционную трубку помещают в печь ТДС и присоединяют к ней линию подачи газа-носителя. После стабилизации расхода газа-носителя и выхода хроматографа на рабочий режим начинают этап «Анализ» в условиях описанных п. 8.2.4.

Условия выполнения измерений проб воздуха и градуировки хроматографа должны быть одинаковы.

По окончании хроматографического анализа проводят определение времени удерживания, идентификацию, расчет площадей пиков и количественный расчет обнаруженных соединений.

Значение массы каждого вещества, найденного в анализируемой пробе воздуха, не учитывается, если оно меньше минимальной массы этого вещества, применяющейся в градуировочном растворе.

Если значение концентрации одного или нескольких веществ превышают верхний предел диапазона градуировки хроматографа, то необходимо провести повторный отбор пробы воздуха меньшего объема, и при обработке результатов измерений по п.12 учитывать этот объем.

Блок-схема этого анализа приведена в приложении В.

# 12 Обработка результатов измерений

 После проведения отбора пробы воздуха по п. 10, объем отобранной пробы воздуха (*V*от*)* приводят к стандартным условиям$V\_{от. с.у.}$(20℃ и 101, 325 кПа)

 $V\_{от. с.у.}=\frac{V\_{ВОЗ}∙293∙P}{\left(273+Т\right)∙101,325},$ (1)

$V\_{ВОЗ}$*. -* расчетный объемотобранного воздуха*, дм3*

Р – барометрическое давление при отборе пробы, кПа

T - температура воздуха при отборе пробы, ℃

Примечание: некоторые модели аспираторов самостоятельно производят перерасчет

объема отобранной пробы воздуха к стандартным условиям, тогда в

дальнейших расчетах берут это значение.

 Вводят поправочный коэффициент К, учитывающий разницу между расчетным значением объема воздуха при создании градуировочных растворов Vвоз (2,5 дм3 ) и реально отобранным объемом пробы воздуха приведен к стандартным условиям $V\_{от. с.у.}$

$$К=\frac{V\_{воз}}{V\_{от. с.у.}}=\frac{2,5}{V\_{от. с.у.}}$$

 Массовую концентрацию каждого определяемого вещества, содержащегося в отобранной пробе воздуха вычисляют по установленным в 8.8 индивидуальным градуировочным зависимостям, с учетом поправочного коэффициента К.

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, удовлетворяющих условиям по п.13

$$\overbar{X}=\frac{X\_{1}+X\_{2}}{2}, (2)$$

где $Х\_{1}$, $Х\_{2}$ – результаты параллельных определений, мг/дм3.

Для обработки результатов хроматографического анализа используют программное обеспечение прибора.

Результаты измерений округляют с точностью:

- до 0,001 мг/дм3 – при концентрации от 0,001 мг/дм3 до 0,012 мг/дм3 (для стирола)

- до 0,001 мг/дм3 – при концентрации от 0,005 мг/дм3 до 0,060 мг/дм3. (для остальных веществ)

**13 Проверка приемлемости результатов параллельных определений**

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

$$\frac{2∙\left|Х\_{1}-Х\_{2}\right|∙100}{(Х\_{1}+Х\_{2})}\leq r, (3)$$

где $Х\_{1}$, $Х\_{2} $– результаты параллельных определений, мг/дм3;

 $r $– значение предела повторяемости, % (см. таблицу 5).

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

14  **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 *Р* = 0,95 не должны превышать значений, приведенных в таблице 5, для соответствующих диапазонов массовых концентраций.

Таблица 5 - Показатели точности измерений

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Определяемоевещество | Диапазон опреде-ляемыхконцент-раций, мг/м3 | Относитель-ная расши-ренная неоп-ределен-ность *U(X)*,%, при *Р* = 0,95 | Относи-тельное стандарт-ное откло-нение повторя-емостиσ*r*, % | Относи-тельный пределповто-ряемо-сти*r*, % | Относи-тельный пределвоспро-изводи-мости *R*, % |
| Гексан | 0,005–0,060 | 23,2 | 1,4 | 4 | 7 |
| Гептан | 25,0 | 3,3 | 9 | 13 |
| Бензол | 24,0 | 2,8 | 8 | 11 |
| Толуол  | 17,2 | 2,3 | 6 | 9 |
| Этилбензол | 15,1 | 1,9 | 5 | 7 |
| м-Ксилол | 13,9 | 1,7 | 5 | 7 |
| о-Ксилол | 22,5 | 2,8 | 8 | 11 |
| п-Ксилол | 19,8 | 2,2 | 6 | 9 |
| изо-Пропилбензол | 11,9 | 1,5 | 4 | 6 |
| н-Пропилбензол | 14,0 | 2,0 | 9 | 13 |
| α-Метилстирол | 20,0 | 4,9 | 14 | 19 |
| Бензальдегид | 14,4 | 3,5 | 10 | 14 |
| Стирол  | 0,001–0,012 | 25,0 | 1,8 | 5 | 7 |

# 15 Представление результатов измерений

Результат анализа представляют в виде

 $(\overline{X}\pm U)$, мг/м3, *k* = 2, *P* = 0,95, (1)

где $\overline{X} $– среднее арифметическое результатов определений, признанных приемлемыми, мг/м3;

$ U$ – расширенная неопределенность, мг/м3, при коэффициенте охвата *k* = 2 и вероятности охвата 0,95.

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

$$U=U(X)∙\overline{X}∙0,01, (2)$$

где *U*(*X)*$ $– относительная расширенная неопределенность измерений массовых концентраций определяемых веществ,

 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/м3»[[1]](#footnote-1)\*.

**16**  **Контроль качества результатов измерений**

**16.1** **Оперативный контроль неопределенности и воспроизводимости измерений**

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

**16.2 Контроль стабильности градуировочной характеристики**

Контроль стабильности градуировочной характеристики (ГХ) проводятодин раз в месяц или при результатах, вызывающих сомнение при проведении внутрилабораторного контроля. Измерения проводят с использованием одного из градуировочных растворов в центре диапазона концентраций. Контроль стабильности ГХ допускается проводить по одному-трем определяемым веществам одного из градуировочных растворов по выбору оператора.

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

 (X – C) × 100

 А = ⎯⎯⎯⎯⎯⎯ ≤ В, где (5)

 C

 Х – концентрация вещества в пробе при контрольном измерении, мкг/см3;

 С – известная концентрация градуировочного раствора веществ, взятая для контроля стабильности ГХ, мкг/см3;

 В – норматив контроля стабильности ГХ, % (В=10%, при P = 0,95)

 Если величина расхождения (А) превышает норматив контроля стабильности ГХ, делают вывод о невозможности применения ГХ для дальнейших измерений. В этом случае выясняют и устраняют причины нестабильности ГХ. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики устанавливают ее заново согласно п. 8.8.

 **16.3 Плановый внутрилабораторный оперативный контроль**

Плановый внутрилабораторный оперативный контроль процедуры выполнения анализа проводят любым методом, например, методом добавок.

Величина добавки $C\_{∂}$ должна удовлетворять условию

$$C\_{∂}\geq U\_{л, \overline{X}}+U\_{л, \overline{X^{'}}}, \left(6\right)$$

где $\pm U\_{л, \overline{X}}, \pm U\_{л, \overline{X^{'}}} $– характеристика неопределенности результатов анализа, соответствующая содержанию компонента в анализируемом образце (расчетному значению содержания компонента в образце с добавкой соответственно) мг/м3, при этом

Величина добавки Сd должна удовлетворять условию:

$$U\_{л}=\pm 0,84U, (7)$$

где $U$ – расширенная неопределенность, мг/дм3, при коэффициенте охвата *k* = 2 и вероятности охвата 0,95;

 0,84 – коэффициент пересчета для оценки и уточнения приписанных характеристик погрешности методики анализа при ее реализации в лаборатории.

 Значения $U\_{л, \overline{X}} и U\_{л, \overline{Х^{'}}}$ вычисляют по формулам

$$U\_{л, \overline{X}}=0,84∙U(X)∙\overline{X}0,01, (8)$$

$$U\_{л, \overline{X^{'}}}= 0,84∙U(X)∙\overline{X'}0,01 \left(9\right)$$

Контрольный параметр процедуры *К*к вычисляют по формуле

$К\_{к}=\overline{X'}-\overline{X}-C\_{∂}, (10$ )

где $\overline{X'}$, $\overline{X}$,$ C\_{∂} $– среднее арифметическое результатов параллельных определений (признанных приемлемыми по разделу 13) содержания компонента в образце с добавкой, анализируемом образце, добавке соответственно, мг/м3;

Норматив контроля $К$ вычисляют по формуле

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

Проводят сопоставление результата контроля процедуры $К\_{к}$ с нормативом контроля $К$.

Если результат контроля анализа удовлетворяет условию

$$\left|К\_{к}\right|\leq К, (12)$$

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.

**16.4 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости**

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

$$\frac{2∙\left|Х\_{1}-Х\_{2}\right|∙100}{\left(Х\_{1}+Х\_{2}\right)}\leq R , \left(13\right)$$

где $Х\_{1}$, $Х\_{2} $– результаты измерений, выполненных в условиях воспроизводимости

(разное время, разные операторы, разные лаборатории), мг/м3;

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

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

**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 | Молекуляр-ная масса | Ткип., 0С | Плотность, г/см3 |
| Гексан | С6Н14 | 86.18 | 68.7 | 0.659 |
| Гептан | С7Н16 | 100.20 | 98.4 | 0.6838 |
| Бензол | С6Н6 | 78.11 | 80.1 | 0.879 |
| Толуол  | С7Н8 | 92.13 | 110.6 | 0.867 |
| Этилбензол | С8Н10 | 106.17 | 136.2 | 0.867 |
| п-Ксилол | С8Н10 | 106.16 | 138.35 | 0.861 |
| м-Ксилол | С8Н10 | 106.16 | 139.1 | 0.864 |
| о-Ксилол | С8Н10 | 106.16 | 144.4 | 0.88 |
| изо-Пропилбензол  | С9Н12 | 120.20 | 152.4 | 0.862 |
| н-Пропилбензол | С9Н12 | 120.19 | 159 | 0.862 |
| Стирол | С8Н8 | 104.14 | 145.2 | 0.906 |
| α-Метилстирол | С9Н10 | 118.17 | 165.4 | 0.911 |
| Бензальдегид | C7H6O | 106.12 | 179 | 1,0477 |

**Приложение Б**

**(справочное)**

**Примеры хроматограмм градуировочных растворов**

Б.1 Примеры хроматограмм градуировочных растворов приведены на рисунках Б.1, Б.2.



 Рисунок Б.1 – Пример хроматограммы градуировочного раствора на кварцевой капиллярной колонке

со слоем неподвижной жидкой фазы – полиэтиленгликоля 20 000, толщиной 1,0 мкм



Рисунок Б.2 – Пример хроматограммы градуировочного раствора на кварцевой капиллярной колонке

со слоем неподвижной жидкой фазы – 5 % фенилполисилоксана и 95 % диметилполисилоксана, толщиной 3,0 мкм

**Приложение В**

**(справочное)**

**Блок-схема проведения анализа**

Размещение образца в климатическую камеру

Отбор проб из климатической камеры на твердый сорбент с помощью пробоотборного устройства.

Запуск анализа на хроматографе

Хроматографический анализ

Обработка результатов измерений

УДК 543.544.3:006.354 МКС 19.020

 71.040.50

Ключевые слова: гексан, гептан, бензол, толуол, этилбензол, м-, о-, п-ксилолы, изо-пропилбензол, н-пропилбензол, стирол, α-метилстирол, бензальдегид, газохроматографический метод

Президент Ассоциации предприятий

индустрии детских товаров «АИДТ» А.В. Цицулина

1. \* 0,005 мг/м3 – предел обнаружения для всех определяемых веществ, кроме стирола. [↑](#footnote-ref-1)