

Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

**Газохроматографическое определение
массовой концентрации**

**гексана, гептана, ацетальдегида, ацетона, метилацетата, этилацетата,
метанола, изо-пропанола, акрилонитрила, н-пропанола, бутилацетата,
изо-бутанола, н-бутанола, бензола, толуола, этилбензола, м-, о- и п-ксилолов,
изопропилбензола, стирола, α -метилстирола в водных вытяжках
из полимерных материалов различного состава**

Методические рекомендации

Москва 2005 г.

Газохроматографическое определение массовой концентрации гексана, гептана, ацетальдегида, ацетона, метилацетата, этилацетата, метанола, изо-пропанола, акрилонитрила, н-пропанола, бутилацетата, изо-бутанола, н-бутанола, бензола, толуола, этилбензола, м-, о- и п-ксилолов, изопропилбензола, стирола, α -метилстирола в водных вытяжках из полимерных материалов различного состава. Методические рекомендации. Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России.

Методические рекомендации разработаны НИИ гигиены и охраны здоровья детей и подростков научного центра здоровья детей РАМН (Текшева Л. М., Блинов В. Н.).

ФБУЗ ФЦГиЭ Роспотребнадзора
Информационный ресурс

Одобрено Лабораторным советом

Секретарь санитарно-гигиенической секции

Брагина И.В.

18.03.

2005г.

Секретарь сектора физико-химических методов исследования

Зельвенский В.Ю.

18.03.

2005г.

«УТВЕРЖДАЮ»

Главный врач Федерального центра
Госсанэпиднадзора Минздрава России
Председатель Лабораторного Совета
Госсанэпидслужбы России



Е.Н.Беляев

18 марта 2005г.

№ 29 фс / 828

**Газохроматографическое определение
массовой концентрации
гексана, гептана, ацетальдегида, ацетона, метилацетата, этилацетата,
метанола, изо-пропанола, акрилонитрила, н-пропанола, бутилацетата, изо-
бутанола, н-бутанола, бензола, толуола, этилбензола, м-, о- и п-ксилолов, изо-
пропилбензола, стирола, α-метилстирола в водных вытяжках из полимерных
материалов различного состава
Методические рекомендации**

Назначение и область применения

Настоящие методические рекомендации устанавливают процедуру количественного газохроматографического анализа водных вытяжек из полимерных материалов для определения в них содержания гексана, гептана, ацетальдегида, ацетона, этилацетата, метанола, изо-пропанола, акрилонитрила, н-пропанола, бутилацетата, изо-бутанола, н-бутанола, бензола, толуола, м-, п-ксилолов, о-ксилола, этилбензола, стирола, α-метилстирола в диапазоне концентраций 0.005-0.2 мг/дм³

для ароматических углеводородов и 0.05-1.0 мг/дм³ для кислородсодержащих соединений.

Физико-химические свойства определяемых веществ представлены в табл. 1. Гигиенические нормативы определяемых веществ представлены в табл. 2.

Физико-химические свойства веществ

Таблица 1

| №пп | Вещество | Формула | Молек. масса | T _{кип.} , °C | Плотность, г/см ³ |
|-----|-----------------|---|--------------|------------------------|------------------------------|
| 1. | Гексан | C ₆ H ₁₄ | 86.18 | 68.7 | 0.659 |
| 2. | Гептан | C ₇ H ₁₆ | 100.20 | 98.4 | 0.6838 |
| 3. | Ацетальдегид | C ₂ H ₄ O | 44.05 | 20.16 | 0.778 |
| 4. | Ацетон | C ₃ H ₆ O | 58.08 | 56.24 | 0.791 |
| 5. | Метилацетат | C ₃ H ₆ O ₂ | 74.08 | 57.0 | 0.93 |
| 6. | Этилацетат | C ₄ H ₈ O ₂ | 88.10 | 77.2 | 0.901 |
| 7. | Метанол | CH ₄ O | 32.04 | 64.06 | 0.793 |
| 8. | изо-Пропанол | C ₃ H ₈ O | 60.09 | 82.2 | 0.786 |
| 9. | Акрилонитрил | C ₃ H ₃ N | 53.60 | 77 | 0.801 |
| 10 | н-Пропанол | C ₃ H ₈ O | 60.09 | 97.2 | 0.8036 |
| 11 | изо-Бутанол | C ₄ H ₁₀ O | 74.12 | 108 | 0.805 |
| 12 | н-Бутанол | C ₄ H ₁₀ O | 74.12 | 117.5 | 0.809 |
| 13 | Бутилацетат | C ₆ H ₁₂ O ₂ | 116.16 | 126.5 | 0.882 |
| 14 | Бензол | C ₆ H ₆ | 78.11 | 80.1 | 0.879 |
| 15 | Толуол | C ₇ H ₈ | 92.13 | 110.6 | 0.867 |
| 16 | Этилбензол | C ₈ H ₁₀ | 106.17 | 136.2 | 0.867 |
| 17 | п-Ксилол | C ₈ H ₁₀ | 106.16 | 138.3 | 0.861 |
| 18 | м-Ксилол | C ₈ H ₁₀ | 106.16 | 139.1 | 0.864 |
| 19 | Изопропилбензол | C ₉ H ₁₂ | 120.20 | 152.4 | 0.862 |
| 20 | о-Ксилол | C ₈ H ₁₀ | 106.16 | 144.4 | 0.88 |
| 21 | Стирол | C ₈ H ₈ | 104.14 | 145.2 | 0.906 |
| 22 | α-Метилстирол | C ₉ H ₁₀ | 118.17 | 165.4 | 0.911 |

Гигиенические нормативы определяемых веществ

Таблица 2

| №п/п | Вещество | Формула | ДКМ мг/дм ³ | ПДК мг/дм ³ | Класс опасности |
|------|-----------------|---|---------------------------|---------------------------|-----------------|
| 1. | Гексан | C ₆ H ₁₄ | 0.1 | - | IV |
| 2. | Гептан | C ₇ H ₁₆ | 0.1 | - | IV |
| 3. | Ацетальдегид | C ₂ H ₄ O | - | 0.2 | IV |
| 4. | Ацетон | C ₃ H ₆ O | 0.1 | 3.0 | III |
| 5. | Метилацетат | C ₃ H ₆ O ₂ | - | 0.1 | III |
| 6. | Этилацетат | C ₄ H ₈ O ₂ | 0.1 | 0.2 | IV |
| 7. | Метанол | CH ₄ O | 0.2 | 3.0 | III |
| 8. | изо-Пропанол | C ₃ H ₈ O | 0.1 | 0.25 | III |
| 9. | Акрилонитрил | C ₃ H ₃ N | 0.02 | 2.0 | II |
| 10. | н-Пропанол | C ₃ H ₈ O | 0.1 | 0.25 | III |
| 11. | изо-Бутанол | C ₄ H ₁₀ O | 0.5 | 0.15 | IV |
| 12. | н-Бутанол | C ₄ H ₁₀ O | 0.5 | 0.1 | III |
| 13. | Бутилацетат | C ₆ H ₁₂ O ₂ | - | 0.1 | IV |
| 14. | Бензол | C ₆ H ₆ | - | 0.01 | I |
| 15. | Толуол | C ₇ H ₈ | - | 0.5 | IV |
| 16. | Этилбензол | C ₈ H ₁₀ | - | 0.01 | IV |
| 17. | п-Ксилол | C ₈ H ₁₀ | - | 0.05 | III |
| 18. | м-Ксилол | C ₈ H ₁₀ | - | 0.05 | III |
| 19. | Изопропилбензол | C ₉ H ₁₂ | - | 0.1 | III |
| 20. | о-Ксилол | C ₆ H ₆ | - | 0.05 | III |
| 21. | Стирол | C ₈ H ₈ | 0.01 | 0.1 | III |
| 22. | α-Метилстирол | C ₉ H ₁₀ | - | 0.1 | III |

1. Погрешность измерения

Методика обеспечивает выполнение измерений с суммарной погрешностью, не превышающей ±25% ($\delta_{отн}$), при доверительной вероятности $P = 0,95$.

2. Метод измерений

Измерение концентраций летучих органических веществ в воде основано на газохроматографическом анализе равновесной паровой фазы на кварцевой капиллярной колонке, идентификации веществ по их временам удерживания и количественном определении методом абсолютной градуировки.

Нижний предел измерения ароматических углеводородов в анализируемом объеме водной пробы составляет 0.02 мкг; кислородсодержащих соединений - 0.2 мкг.

Определению метанола мешает изо-пропилацетат, бензола мешает этанол (в больших количествах), н-бутанола мешает м-ксилол.

Продолжительность проведения хроматографического анализа составляет 39 минут.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы.

3.1. Средства измерений

Хроматограф газовый лабораторный серии "Кристалл-2000М" с ПИД (пламенно-ионизационным детектором), дозатор равновесного пара (ДРП) из комплекта хроматографа и система обработки данных

Микрошприцы (фирмы "Гамильтон"):

| | |
|-----------------------------------|----------|
| 7001KH (объем 1 мм ³) | СУ-20750 |
| 75RN (объем 5 мм ³) | СУ-26702 |
| 701RN (объем 10 мм ³) | СУ-20697 |

| | |
|--|-----------------|
| 705RN (объем 50 мм ³) | СУ-20788 |
| 710RN (объем 100 мм ³) | СУ-20790-U |
| 725RN (объем 250 мм ³) | СУ-24538-U |
| Шприцы медицинские вместимостью 5 см ³ | ГОСТ 22967-90 |
| Весы лабораторные аналитические | ГОСТ 24104-01 |
| Меры массы | ГОСТ 7328-01 |
| Посуда лабораторная стеклянная | ГОСТ 29227-91 |
| Колбы мерные вместимостью 50, 100, см ³ | ГОСТ 1770-74E |
| Барометр-анероид М-98 | ТУ 2504-1797-75 |

3.2. Вспомогательные устройства

Кварцевая капиллярная колонка ZB-Wax (фирмы «Phenomenex») длиной 60 м, внутренним диаметром 0.53 мм, покрытая слоем неподвижной жидкой фазы карбовакс 20М (аналоги - Supelcowax-10, DB-Wax, HP-Wax, HP-INNOWax, PEG 20M, CP-Wax 52 CB, AT-WAX) с толщиной слоя 1.0 мкм

Флаконы стеклянные вместимостью 15 см³,

ФО-1-15-Б-1

Аквадистиллятор

Генератор водорода ГВЧ-6

Компрессор воздушный

Ванна ультразвуковая «Сапфир» УЗВ-1.3

7КК-G007-22

ТУ 64-2-10-87

ГОСТ 28165-89

ЖНЛК 2.000.010.0ТУ

ТУ 9443-003-12908609-98

ГОСТ Р 51318.14.1-99

3.3. Материалы

Гелий газообразный (сжатый)

высокой чистоты марки «60»

ТУ 0271-001-45905715-02

3.4. Реактивы

| | |
|--|-----------------|
| Вода дистиллированная | ГОСТ 6709-72 |
| Ацетальдегид, х.ч. | ГОСТ 9585-77 |
| Ацетон, х.ч. д/хромат. | ТУ 6-09-1707-77 |
| Метилацетат, х.ч. д/хромат. | ТУ 6-09-300-87 |
| Этилацетат, х.ч. д/хромат. | ТУ 6-09-667-76 |
| Метанол, х.ч. д/хромат. | ТУ 6-09-1709-77 |
| Спирт метиловый, х.ч. | ГОСТ 6995-77 |
| изо-Пропанол, х.ч. д/хромат. | ТУ 6-09-4522-77 |
| Бензол, х.ч. д/хромат. | ТУ 6-09-779-76 |
| Акрилонитрил*, puriss.,(99.5%) (фирмы «Fluka») | ФЛ-01710 |
| н-Пропанол, х.ч. д/хромат. | ТУ 6-09-783-88 |
| Толуол, х.ч. д/хромат. | ТУ 6-09-786-76 |
| Бутилацетат, х.ч. д/хромат. | ТУ 6-09-781-76 |
| изо-Бутанол, х.ч. д/хромат. | ТУ 6-09-4354-88 |
| Этилбензол, х.ч. д/хромат. | ТУ 6-09787-76 |
| п-Ксилол, х.ч. д/хромат. | ТУ 6-09-4609-86 |
| н-Бутанол, х.ч. д/хромат. | ТУ 6-09-1708-77 |
| м-Ксилол, х.ч. д/хромат. | ТУ 6-09-4556-77 |
| Изопропилбензол (кумол), х.ч. д/хромат. | ТУ 6-09-4355-77 |
| о-Ксилол, х.ч. д/хромат. | ТУ 6-09-915-76 |
| Стирол, puriss., monomer,(99.5%) (фирмы «Fluka») | ФЛ-85959 |
| α -Метилстирол, purum., (98.0%) (фирмы «Fluka») | ФЛ-69170 |
| Гексан, х.ч. д/хромат. | ТУ 6-09-4521-77 |
| Гептан, х.ч. д/хромат. | ТУ 6-09-4520-77 |
| Натрий сернокислый безводный, х.ч. | ГОСТ 4166-76 |

Примечания:

Указанные средства измерения, вспомогательное оборудование и другие материалы могут быть заменены другими с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками.

**В позициях, где приведены реактивы иностранных фирм, указан их каталожный номер из каталога данной фирмы.*

4. Требования безопасности

4.1. При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с реактивами по ГОСТ 12.1.007-76 и по ГОСТ 12.1.005-88.

4.2. Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79.

4.3. Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004-90.

4.4. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

4.5. К обслуживанию хроматографа допускаются лица, прошедшие производственное обучение, проверку знаний и инструктаж по безопасному обслуживанию хроматографа.

4.6. При установке, монтаже и эксплуатации хроматографа следует соблюдать “Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением (ПБ 10-115-96)”, утвержденные Госгортехнадзором России 18.04.95 г. №20.

5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке результатов могут быть допущены лица, имеющие высшее или среднее техническое 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.

6. Условия измерений

При выполнении пробоподготовки и измерений в лаборатории соблюдают следующие условия:

6.1. Приготовление растворов и подготовку проб к анализу, осуществляют в следующих условиях (категория работ Па по СанПиНу 2.2.4.548-96):

температура окружающей среды 19-22°C (для холодного и теплого периода);
относительная влажность от 40 до 60%;

6.2. Выполнение измерений на газовом хроматографе производят в условиях, указанных в технической документации к прибору.

7. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: подготовку хроматографа и дозатора равновесного пара, подготовку капиллярных колонок, приготовление градуировочных растворов, установление градуировочных характеристик.

7.1. Подготовка хроматографа и капиллярной колонки

Подготовку хроматографа проводят в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

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

Кварцевую капиллярную колонку предварительно кондиционируют, не соединяя выходной конец колонки с детектором, нагревая в термостате хроматографа ступенчато с 50°C до 230°C и выдерживая при этой температуре в течение 4 ч. После охлаждения термостата хроматографа выходной конец колонки подсоединяют к пламенно-ионизационному детектору. После подсоединения колонки к детектору устанавливают расход газа-носителя (гелия) через капиллярную колонку при начальной рабочей температуре (45°C). Проверяют герметичность соединений. Устанавливают необходимый режим работы хроматографа.

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

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

7.3. Приготовление градуировочных растворов и установление градуировочных характеристик

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

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

Градуировочную характеристику устанавливают с помощью градуировочных растворов определяемых веществ в воде. Она выражает зависимость площади пика ($\text{мВ} \times \text{с}$) от концентрации (мг/дм^3) каждого вещества и строится по 6 сериям градуировочных растворов.

Градуировочные растворы ацетальдегида, ацетона, метанола, изо-пропанола, н-пропанола, изо-бутанола, н-бутанола, метилацетата, этилацетата и 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 табл. 3, доводят объем охлажденной до 20°C кипяченой дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

Градуировочные растворы гексана, гептана, ароматических углеводородов и акрилонитрила готовят в мерных колбах вместимостью 100 см³. Для этого микрошприцем вносят в каждую колбу исходный раствор №2 в соответствии с табл.4, доводят объем до метки охлажденной до 20⁰С кипяченой дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают.

По 5 см³ каждого градуировочного раствора помещают в стеклянный флакон, содержащий 1 г сернокислого натрия, герметизируют специальной крышкой из комплекта ДРП, помещают флакон в водяной термостат ДРП.

По окончании времени термостатирования флакона передают программу работы ДРП и хроматографа и нажатием на кнопку “Старт” начинают анализ при следующих условиях:

Условия работы дозатора равновесного пара:

| | |
|---|-----------------------|
| Время термостатирования контейнера с пробой | 40 мин; |
| Температура термостата контейнера с пробой | 80 ⁰ С; |
| Время наддува контейнера | 5 мин; |
| Избыточное давление в контейнере | 0.5 МПа; |
| Температура крана-дозатора | 135 ⁰ С; |
| Время отбора пробы | 12 сек; |
| Объем вводимой дозы равновесного пара | 2.0 см ³ . |

Условия проведения газохроматографического анализа:

| | |
|-----------------------------|---------------------|
| Температура детектора (ДИП) | 250 ⁰ С; |
| Температура испарителя | 250 ⁰ С; |

| | |
|---|----------------------------|
| Для капиллярной колонки: | |
| 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; |
| Расход газа-носителя (гелий) через колонку | 5.1 см ³ /мин; |
| Давление на входе в капиллярную колонку | 44,6 кПа; |
| Сброс газа-носителя | 10.1 см ³ /мин; |
| Расход водорода | 12.0 см ³ /мин; |
| Расход воздуха | 200 см ³ /мин; |
| Высота окна снятия хроматограммы (для концентраций 0.1 мг/дм ³ и ниже) | 10 мВ; |
| Общее время анализа | 39 мин; |
| Времена удерживания веществ: | |
| гексана | 4м 17с; |
| гептана | 4м 50с; |
| ацетальдегида | 4м 59с; |
| ацетона | 6м 44с; |
| метилацетата | 7м 01с; |
| этилацетата | 8м 40с; |
| метанола | 9м 01с; |
| изо-пропанола | 10м 01с; |
| бензола | 10м 34с; |
| акрилонитрила | 12м 33с; |

| | |
|------------------------|----------|
| н-пропанола | 14м 03с; |
| толуола | 14м 14с; |
| бутилацетата | 15м 15с; |
| изо-бутанола | 15м 58с; |
| этилбензола | 17м 20с; |
| п-ксилола | 17м 38с; |
| м-ксилола | 17м 49с; |
| н-бутанола | 17м 52с; |
| изопропилбензола | 18м 57с; |
| о-ксилола | 19м 26с. |
| стирола | 21м 50с. |
| α -метилстирола | 24м 02с. |

Проводят идентификацию определяемых веществ в градуировочном растворе путем сравнения времен удерживания определяемых компонентов, полученных при проведении анализа, с усредненными временами удерживания веществ, полученными при градуировке, и содержащимися в файле созданной методики.

На полученной хроматограмме измеряют площади пиков определяемых веществ. За результат измерения принимают среднее арифметическое значение трех параллельных определений, относительная разница между которыми не превышает 15% от среднего арифметического значения. По полученным средним значениям строят градуировочную характеристику для каждого вещества, выражающую зависимость площади пика от концентрации вещества.

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

Таблица 3

| Номер раствора | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
|--|------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| Объем исходного раствора №1 ($c=1 \text{ мг/см}^3$), мм^3 | 5 | 10 | 20 | 30 | 40 | 50 | 100 |
| Концентрация вещества в воде, (мг/дм^3) | 0.05 | 0.1 | 0.2 | 0.3 | 0.4 | 0.5 | 1.0 |

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

Таблица 4

| Номер раствора | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
|--|-------|------|------|------|------|------|------|
| Объем исходного раствора №2 ($c=1 \text{ мг/см}^3$), мм^3 | 0.5 | 1.0 | 2.0 | 3.0 | 4.0 | 5.0 | 10.0 |
| Концентрация вещества в воде, (мг/дм^3) | 0.005 | 0.01 | 0.02 | 0.03 | 0.04 | 0.05 | 0.10 |

7.4. Подготовка пробы водной вытяжки для анализа

Водную вытяжку из полимерного материала готовят в соответствии действующими с нормативно-методическими документами (СанПин, МУ, МУК, МР или другой НТД) на соответствующие виды изделий и материалов.

Водная вытяжка из полимерного материала хранится в химически чистой емкости с притертой крышкой в месте, защищенном от света. Объем пробы для анализа - 5 см³. Для получения одного результата измерения отбирают две одинаковые пробы одной водной вытяжки. Срок хранения пробы – не более 1 суток в холодильнике в герметично закрытой таре, заполненной под пробку. Если проба воды хранилась в холодильнике сутки, то перед анализом ее надо выдержать 2 часа при комнатной температуре.

8. Выполнение измерений

После выхода хроматографа и дозатора равновесного пара на режим 5 см³ пробы воды помещают во флакон и проводят все операции, описанные в п.7.3. По окончании времени термостатирования флакона нажимают кнопку “Старт” на пульте управления хроматографа. По окончании хроматографического анализа производят определение времен удерживания, идентификацию, расчет площадей пиков и количественный расчет обнаруженных соединений.

Для получения результата измерений концентраций веществ проводят анализ двух параллельных проб одной водной вытяжки.

Если концентрации одного или нескольких веществ превышают верхний предел диапазона измерений, то анализируемый раствор необходимо соответственно разбавить и провести анализ разбавленного раствора.

Перед использованием дистиллированной воды для водных вытяжек необходимо проверить ее чистоту, проведя анализ воды.

9. Обработка результатов

Концентрацию вещества, содержащегося в пробе, рассчитывают с помощью предварительно полученных индивидуальных градуировочных зависимостей ти-

па: площадь хроматографического пика - концентрация вещества в воде.

Концентрацию (С) каждого идентифицированного вещества определяют, используя градуировочную характеристику, после обработки хроматограммы с помощью системы обработки данных.

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений.

10. Оформление результатов измерений

Результаты измерений анализируемых веществ в водной вытяжке оформляют в виде протокола по форме:

Протокол № _____

Количественного химического анализа

1. Место проведения анализа _____
2. Юридический адрес лаборатории _____
3. Шифр пробы _____
4. Место отбора пробы _____
5. Дата проведения анализа _____

Результаты количественного химического анализа

| № _{пп} | Определяемый компонент | Концентрация, мг/дм ³ | Погрешность измерения, мг/дм ³ |
|-----------------|------------------------|----------------------------------|---|
| | | | |

Исполнитель:

Руководитель лаборатории:

11. Контроль погрешности измерений

11.1. *Оперативный контроль погрешности.* Проводится при смене реактивов, после ремонта прибора. Образцами для контроля являются реальные водные вытяжки материалов, к которым делаются добавки измеряемых веществ в виде раствора. Отбирают две пробы воды и к одной из них делают добавку таким образом, чтобы содержание определяемых веществ увеличилось по сравнению с исходным на 50-150%, так, чтобы концентрация вещества в пробе не выходила за верхний предел диапазона градуировки. Анализируя каждую пробу в точном соответствии с прописью методики, получают результат анализа исходной рабочей пробы - $C_{исх}$ и рабочей пробы с добавкой - C' . Результаты анализа исходной рабочей пробы - $C_{исх}$ и рабочей пробы с добавкой - C' получают по возможности в одинаковых условиях, т. е. их получает один аналитик с использованием одного набора мерной посуды, одной партии реактивов и т. д.

Результаты контроля признаются удовлетворительными, если выполняется условие:

$$|C' - C_{исх} - C| < K_g, \text{ где}$$

C - добавка вещества, мкг/дм³;

K_g - норматив оперативного контроля погрешности, мг/дм³.

При внешнем контроле (P=0.95) принимают:

$$K_g = \sqrt{\Delta^2 C' + \Delta^2 C_{исх}}, \text{ где}$$

$\Delta C'$ и $\Delta C_{исх}$ - характеристика погрешности исходной пробы и пробы с добавкой, мг/дм³:

$$\Delta C_{исх} = 0.01 * \delta_{отн} * C_{исх} \text{ и}$$

$$\Delta C' = 0.01 * \delta_{отн} * C'.$$

При внутрилабораторном контроле (P=0.90) принимают:

$$K'_g = 0.84 * K_g.$$

При превышении норматива оперативного контроля погрешности эксперимент повторяют.

При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.