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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32457— 2013

ФТАЛЕВЫЙ АНГИДРИД

Определение содержания в воздушной среде методом газовой хроматографии — масс-спектрометрии

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

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

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ»); Техническим комитетом по стандартизации ТК 339 «Безопасность сырья, материалов и веществ» Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии; Федеральным бюджетным учреждением здравоохранения «Российский регистр потенциально опасных химических и биологических веществ» Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (ФБУЗ «Российский регистр потенциально опасных химических и биологических веществ» Роспотребнадзора)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 5 ноября 2013 г. № 61-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 829-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32457—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 августа 2014 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

6 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Май 2019 г.

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»

© Стандартинформ, оформление, 2014, 2019

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

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 1
3 Характеристики погрешности измерений . . . 2
4 Описание метода . . . 2
5 Средства измерений, реактивы и материалы . . . 2
5.1 Средства измерений . . . 2
5.2 Реактивы и материалы . . . 3
5.3 Вспомогательные устройства . . . 3
6 Требования безопасности . . . 3
7 Требования к квалификации персонала . . . 3
8 Условия выполнения измерений . . . 3
9 Подготовка к выполнению измерений . . . 4
9.1 Подготовка посуды . . . 4
9.2 Приготовление растворов . . . 4
9.3 Подготовка прибора к выполнению измерений . . . 4
9.4 Градуировка . . . 5
10 Подготовка образцов для измерений . . . 5
11 Выполнение измерений . . . 6
12 Оформление результатов измерений . . . 7
13 Контроль погрешности . . . 7
13.1 Проверка чувствительности хромато-масс-спектрометра . . . 7
13.2 Контроль помех по результатам холостого опыта . . . 7
13.3 Контроль правильности методом добавок . . . 7
Библиография . . . 8

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФТАЛЕВЫЙ АНГИДРИД

Определение содержания в воздушной среде методом газовой хроматографии — масс-спектрометрии

Phthalic anhydride. Determination in air by gas chromatography — mass spectrometry method

Дата введения — 2014—08—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает процедуру определения содержания фталевого ангидрида в воздушной среде в диапазоне от 0,01 до 1,0 мг/м^3 методом газовой хроматографии — масс-спектрометрии (ГХ—МС).

Отбор проб воздуха производят на кассету, содержащую два стекловолоконных фильтра. Объем отбираемой пробы должен составлять не менее 100 л, необходимо не менее двух идентичных проб. Пробы снабжают этикетками, на которых указывают номер и вид пробы, дату и место отбора. Пробы поступают в лабораторию с сопроводительными документами.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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[1)] Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

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

ГОСТ 4166 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 24104 Весы лабораторные. Общие технические требования[2)]

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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

[1)] Действует ГОСТ 12.1.019—2017.

[2)] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228—2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Издание официальное

3 Характеристики погрешности измерений

Относительная расширенная неопределенность измерений (при коэффициенте охвата k = 2) $U_{отн}$ = 15 %.

Примечание — Указанная неопределенность соответствует границам относительной суммарной погрешности ± 15 % при доверительной вероятности P = 0,95.

4 Описание метода

Измерение массовой концентрации фталевого ангидрида проводят методом ГХ—МС с использованием внутреннего стандарта. Отбор проб воздуха производят на кассету, содержащую два стекловолоконных фильтра. Фталевый ангидрид экстрагируют с фильтров дихлорметаном. Экстракты концентрируют, добавляют известное количество внутреннего станадарта (пердейтеронафталина) и вводят в хроматограф, снабженный капиллярной колонкой. Индивидуальные соединения, разделенные на хроматографической колонке в режиме программирования температуры, детектируют масс-спектрометром, соединенным с хроматографом.

Идентификацию фталевого ангидрида осуществляют при сравнении времен удерживания и масс-спектров электронной ионизации.

Измерение массовой концентрации проводят методом внутреннего стандарта: определяют площади пиков фталевого ангидрида и внутреннего стандарта на масс-хроматограммах, построенных по току характеристических ионов этих соединений. Расчет количества фталевого ангидрида осуществляют исходя из площадей этих пиков, массы внутреннего стандарта и факторов отклика фталевого ангидрида по отношению к внутреннему стандарту.

Для градуировки прибора и расчета факторов отклика готовят серию градуировочных растворов фталевого ангидрида в дихлорметане, соответствующих указанному диапазону концентраций и содержащих известное количество внутреннего стандарта. Вычисляют факторы отклика исходя из количеств фталевого ангидрида и внутреннего стандарта в растворах и площадей соответствующих хроматографических пиков.

Заключительный расчет проводят из предположения о количественном извлечении фталевого ангидрида из воздуха и постоянной степени его десорбции с фильтров, что было подтверждено предварительными исследованиями.

5 Средства измерений, реактивы и материалы

5.1 Средства измерений

5.1.1 Хромато-масс-спектрометр Pegasus 4D фирмы Leco, США, состоящий из:

- хроматографа 6890N фирмы Agilent Technologies, США;
- колонки хроматографической силиконовой капиллярной (длина 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм, неподвижная жидкая фаза SPB-5 толщиной 0,25 мкм);
- системы обработки данных ChromaTOF со справочной библиотекой масс-спектров EPA/NIST.

Допускается применение других хромато-масс-спектрометров (хроматографов с масс-селективными детекторами), позволяющих проводить измерения в диапазоне масс от 30 до 300 а.е.м. (Да) в режиме электронной ионизации при энергии электронов 70 эВ, масс-спектральном разрешении не ниже 0,5 а.е.м. (Да) по всей шкале масс и паспортной чувствительности прибора не ниже 10 пг (по октафторнафталину, электронная ионизация). Допускается также применение других хроматографических колонок, позволяющих провести отделение определяемых соединений от других компонентов пробы, и аналогичных систем обработки данных.

5.1.2 Весы лабораторные электронные Adventurer фирмы Ohaus Europe (Швейцария) 2-го класса точности по ГОСТ 24104 или другие весы лабораторные высокого класса точности.

5.1.3 Шприцы аналитические вместимостью 1, 10 и 100 мкл фирмы Hamilton (Швейцария).

5.1.4 Пипетки с одной отметкой (Мора) 2—1—1 по ГОСТ 29169 с погрешностью ± 0,015 мл.

5.1.5 Цилиндры мерные 2—50 и 2—1000 по ГОСТ 1770 с погрешностью ± 0,5 и ± 10,0 мл соответственно.

5.1.6 Колбы мерные 2—25—2, 2—50—2 по ГОСТ 1770 с погрешностью ± 0,05; ± 0,08 и ± 0,12 мл соответственно.

5.1.7 Универсальная индикаторная бумага pH 0—12 (Чехия).

Допускается применение других типов средств измерений по 5.1.2—5.1.7, в том числе импортных, с метрологическими и техническими характеристиками не ниже указанных.

5.2 Реактивы и материалы

5.2.1 Фталевый ангидрид чистотой не менее 99 %, например компании Sigma-Aldrich (США).

5.2.2 Пердейтеронафталин (дейтеронафталин-d_8) чистотой не менее 99 %, например компании Sigma-Aldrich (США).

5.2.3 Дихлорметан (метилен хлористый) чистотой не менее 99 %, например х.ч. для хроматографии по [1].

5.2.4 Сульфат натрия безводный квалификации ч.д.а. по ГОСТ 4166.

Помимо пердейтеронафталина в качестве внутреннего стандарта можно использовать другие соединения, заведомо отсутствующие в анализируемых пробах; при этом рассчитанные по ним относительные факторы отклика должны находиться в диапазоне 0,1—10.

Допускается применение реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией чистоты не ниже указанной.

5.3 Вспомогательные устройства

5.3.1 Воронка со стеклянным фильтрующим дном.

5.3.2 Шкаф сушильный с терморегулятором типа СНОЛ по [2].

5.3.3 Виалы вместимостью 5 мл из стекла, с силикон-тефлоновой септой.

5.3.4 Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента» по [3].

5.3.5 Кассета с двумя стекловолоконными фильтрами, снабженная завинчивающейся крышкой и двумя концевыми заглушками.

Примечание — Допускается применение аналогичного вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не ниже указанных.

6 Требования безопасности

6.1 Используемые в работе реактивы относятся к веществам 1-го и 2-го классов опасности. При работе с ними необходимо соблюдать требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005.

Работу с дихлорметаном, который относится к 4-му классу опасности, проводят в соответствии с ГОСТ 12.1.007.

6.2 Эксплуатация хромато-масс-спектрометра и проведение соответствующих измерений требуют соблюдения правил электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019 и инструкцией по эксплуатации прибора.

7 Требования к квалификации персонала

7.1 К приготовлению градуировочных растворов допускаются лица, имеющие квалификацию химика, инженера- или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

7.2 К выполнению измерений допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже инженера-химика или химика, прошедшие соответствующие курсы обучения и стажировку в лабораториях, аккредитованных на выполнение анализов с применением настоящего стандарта.

7.3 Весь персонал должен пройти проверку знаний по технике безопасности, в том числе при работе в химической лаборатории, включая общие правила работы с едкими и токсичными веществами, правила пожарной безопасности и промышленной санитарии.

8 Условия выполнения измерений

При приготовлении растворов, подготовке проб и выполнении измерений соблюдают следующие условия: температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С; атмосферное давление 84,0—106,7 кПа (630—800 мм рт. ст.); относительная влажность воздуха при 25 °С ниже 85 %; напряжение в сети питания переменного тока (220 ± 22) В; концентрации мешающих определению и агрессивных

компонентов в воздухе не должны превышать предельно допустимых концентраций для воздуха рабочей зоны.

Другие условия измерений должны соответствовать инструкции по эксплуатации прибора.

9 Подготовка к выполнению измерений

9.1 Подготовка посуды

Использованную стеклянную посуду перед дальнейшим употреблением ополаскивают применявшимся растворителем и тщательно моют горячей водой с содой, ополаскивают водопроводной, а затем дистиллированной водой.

9.2 Приготовление растворов

Приготовление растворов проводят в вытяжном шкафу при температуре окружающего воздуха 18 °С — 22 °С.

9.2.1 Исходный раствор фталевого ангидрида

Навеску фталевого ангидрида (50 ± 1) мг помещают в мерную колбу вместимостью 50 мл, растворяют в 10—20 мл дихлорметана, доводят до метки этим же растворителем. Массовая концентрация фталевого ангидрида в полученном растворе 1,00 мг/мл. Хранят в защищенном от света месте при температуре минус 10 °С или ниже.

9.2.2 Раствор внутреннего стандарта пердейтеронафталина

В мерную колбу вместимостью 25 мл помещают (250 ± 1) мг пердейтеронафталина, растворяют его в 10—15 мл дихлорметана и доводят до метки этим же растворителем. Массовая концентрация пердейтеронафталина в полученном растворе 10,0 мг/мл. Хранят в защищенном от света месте при температуре минус 10 °С или ниже.

9.2.3 Градуировочные растворы фталевого ангидрида

Растворы готовят в стеклянных виалах вместимостью 5 мл (5.3.3). Добавляют рассчитанное количество раствора фталевого ангидрида и 1 мкл (0,001 мл) раствора внутреннего стандарта. В таблице 1 приведены данные, необходимые для приготовления градуировочных растворов с заданным значением общего количества определяемого вещества. Указанные аликвоты отбирают соответствующими микрошприцами по 5.1.3.

Таблица 1 — Характеристики градуировочных растворов фталевого ангидрида

№ раствора	Объем исходного раствора фталевого ангидрида, мкл	Объем дихлорметана, мл	Количество фталевого ангидрида в пробе, мкг
1	1,00	5	1,00
2	2,00	5	2,00
3	5,0	5	5,0
4	20,0	5	20,0
5	100	5	100

9.3 Подготовка прибора к выполнению измерений

Включают и настраивают хромато-масс-спектрометр в соответствии с инструкцией по эксплуатации и описанием, прилагаемым к прибору. Устанавливают рабочие параметры, необходимые для проведения измерений. Рабочие параметры приборов должны быть постоянными при измерении во всем диапазоне концентраций.

Хроматограф:

- Температура испарителя: 240 °С.
- Тип инжектора: без разделения потока.
- Объем вводимого раствора (экстракта): 0,1—1 мкл.
- Режим программирования температуры колонки:
    - начальная температура 50 °С (2 мин);
    - скорость нагрева 10 °С в минуту;
    - конечная температура 280 °С (10 мин).

Масс-спектрометр:
- Температура источника ионов: 250 °С.
- Диапазон сканируемых масс: 29—250.
- Скорость сбора данных: 10 спектров в секунду по всему диапазону масс.

9.4 Градуировка

Градуировку прибора осуществляют непосредственно перед измерениями по разделу 11. Проводят двукратные измерения каждого из пяти градуировочных растворов (их экстрактов, см. 9.2.3).

9.4.1 Определяют площади пиков на масс-хроматограммах, построенных для фталевого ангидрида по току характеристических ионов с m/z 148, для внутреннего стандарта (пердейтеронафталина) по характеристическому иону с m/z 136.

Для каждого измерения рассчитывают фактор отклика RF_i по формуле

$$RF_i = S_м M_{is} / S_{is} M_м, \quad (1)$$

где $S_м$ — площадь пика фталевого ангидрида, построенного по току характеристических ионов с m/z 148;
M_{is} — масса добавленного внутреннего стандарта;
S_{is} — площадь пика внутреннего стандарта, построенная по току характеристического иона с m/z 136;
$M_м$ — масса фталевого ангидрида в 1 мл градуировочного раствора.

В дальнейших расчетах используют среднеарифметическое значение $RF_{ср}$, относящееся к полному диапазону измеряемых концентраций:

$$RF_{ср} = \frac{\sum_{i=1}^{n} RF_i}{n}, \quad (2)$$

где n — общее число измерений (10).

По формулам (3) и (4) рассчитывают среднеквадратическое (стандартное) отклонение (СКО) и соответствующее относительное СКО:

$$СКО = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} \left(RF_i - RF_{ср}\right)^2}{n-1}}, \quad (3)$$

$$\text{относительное СКО} = \frac{СКО}{RF_{ср}} \cdot 100\ \%. \quad (4)$$

Значения относительного СКО не должны превышать 10 %.

9.4.2 Фиксируют времена удерживания для пиков фталевого ангидрида для всех хроматограмм. Выбирают среднее значение времени удерживания, т. е. значение, наиболее близкое к середине зафиксированного интервала изменения этой величины. Типичное значение времен удерживания в использованных хроматографических условиях для фталевого ангидрида (543 ± 3) с.

Зарегистрированные полные масс-спектры фталевого ангидрида (2—3 спектра) вводят в справочную библиотеку масс-спектров.

10 Подготовка образцов для измерений

Кассету снабжают готовыми фильтрами, закрывают и переносят на место отбора пробы. С кассеты снимают крышку и вынимают концевую заглушку из дна. С помощью гибкого шланга присоединяют к кассете насос для отбора проб. Получившийся пробоотборник помещают в исследуемую зону так, чтобы открытая передняя часть кассеты была перевернута вниз.

Воздух с объемным расходом 1,0 л/мин аспирируют через пробоотборник. Всего пропускают 100 л воздуха. В каждой точке отбирают не менее двух проб воздуха. После отбора пробы кассету отсоединяют и закрывают крышкой. Дно и крышку кассеты затыкают двумя заглушками.

Все образцы снабжают этикетками, на которых указывают номер и вид пробы, дату и место отбора, а также указывают потенциальные помехи определения, замеченные в ходе отбора проб.

Образцы как можно скорее после взятия пробы отправляют в лабораторию для анализа. Если образцы не могут быть отправлены в тот же день, их хранят при пониженной температуре.

Фильтры складывают пополам или таким образом, чтобы образовать параллельные складки. Каждый фильтр переносят в отдельный флакон и приливают по 5,0 мл экстрагента. В качестве экстрагента используют дихлорметан. Закрытые флаконы встряхивают на механическом встряхивателе в течение 1 ч. Добавляют раствор внутреннего стандарта (1 мкл).

11 Выполнение измерений

Измерения проводят в тех же условиях, в которых проведена градуировка прибора (9.4). Для подготовленных образцов проводят измерения величин, подтверждающих идентичность фталевого ангидрида (11.1).

11.1 Определяют времена удерживания, отвечающие пикам на хроматограммах вблизи среднего значения времени удерживания пика фталевого ангидрида. Сравнивают полные масс-спектры со спектрами фталевого ангидрида в справочной библиотеке. Определяемое соединение считают идентифицированным как фталевый ангидрид при условиях:

- время удерживания рассматриваемого соединения отличается от среднего значения этой величины по 9.4.2 не более чем на 3 с;
- показатель сходства экспериментальных спектров со справочными спектрами фталевого ангидрида не ниже 94 %.

11.2 Определяют площади пиков на масс-хроматограммах, зарегистрированных по 9.4.1. Массовую концентрацию фталевого ангидрида $C_{м,i}$ в одной из проб (i-я проба, i-й образец) при j-м измерении, мг/м^3, рассчитывают по формуле

$$C_{м,ij} = S_{м,ij} \cdot M_{is,i} / S_{is,ij} \cdot RF_{ср} \cdot V, \quad (5)$$

где $S_{м,ij}$ — площадь пика фталевого ангидрида, усл. ед., на j-й масс-хроматограмме, построенной по току ионов с m/z 148 (для фталевого ангидрида), i-го образца;

$M_{is,i}$ — масса внутреннего стандарта, мг;

$S_{is,ij}$ — площадь пика внутреннего стандарта, усл. ед., на j-й масс-хроматограмме, построенной по току ионов с m/z 136, i-го образца;

$RF_{ср}$ — усредненный фактор отклика [формула (2)];

V — объем прокачанного воздуха, л (V = 0,1 м^3);

$M_{is,i} = V_{is,i} \cdot C_{is} \cdot V_{is,i}$ — объем раствора внутреннего стандарта, мл, добавленного к пробе (раздел 9);

C_{is} — массовая концентрация раствора внутреннего стандарта, мг/мл, приготовленного по 9.2.2.

Вычисляют среднее значение массовой концентрации фталевого ангидрида для каждого образца, мг/м^3

$$C_i = \frac{\sum_{j=1}^{n} C_{ij}}{n}, \quad (6)$$

где i — 1 и 2;

n — количество параллельных измерений (2 или 3),

и относительное расхождение d_i, %, результатов для этих образцов

$$d_i = \frac{C_{i\max} - C_{i\min}}{C} \cdot 100, \quad (7)$$

где $C_{i\max}$ и $C_{i\min}$ — соответственно наибольшее и наименьшее значение массовой концентрации при параллельных измерениях для каждого образца.

Результаты параллельных измерений признают приемлемыми, если d_i не превышает 10 % (n = 2) или 12 % (n = 3) при вероятности P = 0,95.

Вычисляют средние значения массовой концентрации фталевого ангидрида по обеим пробам анализируемого образца

$$C = \frac{C_1 + C_2}{2} \quad (8)$$

и относительное расхождение D, %, результатов для двух проб

$$D = \frac{|C_1 - C_2|}{C} \cdot 100. \quad (9)$$

Результаты признают приемлемыми, если D не превышает 15 % при вероятности $P = 0,95$. При выполнении этого условия среднее значение концентраций C принимают в качестве результата измерений.

12 Оформление результатов измерений

Результат измерения массовой концентрации фталевого ангидрида представляют в следующем виде

$$(C_{ср} \pm 0,15 \cdot C_{ср}) \text{ мг/м}^3. \quad (10)$$

Примеры записи: < 0,01 мг/м^3, (0,010 ± 0,0015) мг/м^3, (0,24 ± 0,04) мг/м^3, (0,72 ± 0,11) мг/м^3.

13 Контроль погрешности

13.1 Проверка чувствительности хромато-масс-спектрометра

При подозрительных результатах измерений или резком уменьшении регистрируемых сигналов проверяют чувствительность прибора по градуировочному раствору с наименьшими массовыми концентрациями фталевого ангидрида (таблица 1) в условиях измерений, указанных в 9.4. Отношение сигнал/шум для определяемых соединений должно быть не менее 10:1. Чувствительность прибора восстанавливают в соответствии с рекомендациями, изложенными в руководстве по его эксплуатации.

13.2 Контроль помех по результатам холостого опыта

Холостой опыт проводят с чистым фильтром через каждые 20—30 проб, чтобы убедиться в отсутствии загрязнений и помех, источниками которых могут быть измерительная система, реактивы и материалы. В случае обнаружения загрязнений, проявляющихся в появлении сигнала при заданных значениях масс ионов и времени удерживания с отношением сигнал/шум, превышающим 3:1, определяют источник помех, контролируя используемые реактивы и проверяя условия подготовки проб и проведения измерений.

13.3 Контроль правильности методом добавок

Контроль правильности проводят в целях оценки возможности применения настоящей МВИ для образцов, ранее не подвергавшихся анализу, а также при сомнении в результатах измерений.

Для контроля отбирают три пробы. Измеряют массовую концентрацию в двух параллельных измерениях двух проб и получают результат измерений C. В третью пробу вносят добавку исходного раствора фталевого ангидрида, причем массовая концентрация добавки Д должна быть в интервале (0,8—1,2) · C, мг/м^3. Проводят измерения для третьей пробы с добавкой и получают результат измерений $C_Д$.

Результат контроля признается удовлетворительным (для $P = 0,90$) при выполнении условия

$$100|C_Д - C - Д| \ / Д \le н_Д, \quad (11)$$

где $н_Д$ = 15 %.

Библиография

[1] ТУ 6-09-2662—77 Метилен хлористый (дихлорметан) для хроматографии химически чистый
[2] ТУ 16-531-299—78 Шкаф сушильный типа СНОЛ. Технические условия
[3] ТУ 6-09-1678—83 Фильтры обеззоленные «синяя лента». Технические условия

УДК 661.7:006.86:547.626 МКС 13.040

Ключевые слова: фталевый ангидрид, воздушная среда, газовая хроматография — масс-спектрометрия

Редактор *Е.И. Мосур*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.М. Поляченко*
Компьютерная верстка *Д.В. Кардановской*

Сдано в набор 20.05.2019. Подписано в печать 25.07.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,20.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru stinfo.ru

gost.e-ecolog.ru