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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32533— 2013

ГЕКСАМЕТИЛЕНДИАМИН

Определение содержания в воздушной среде

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 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), Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ»)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 ноября 2013 г. № 44, приложение № 24)

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
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 ноября 2013 г. № 820-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32533—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, 2016, 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 . . . 1
4 Описание метода . . . 2
5 Средства измерений, реактивы и материалы . . . 2
6 Требования безопасности . . . 3
7 Требования к квалификации персонала . . . 3
8 Условия выполнения измерений . . . 4
9 Подготовка к выполнению измерений . . . 4
10 Подготовка образцов для измерений . . . 6
11 Выполнение измерений . . . 6
12 Оформление результатов измерений . . . 6
13 Контроль погрешности . . . 7

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЕКСАМЕТИЛЕНДИАМИН

Определение содержания в воздушной среде

Hexamethylene diamine. Determination of content in air

Дата введения — 2014—08—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает процедуру определения содержания гексаметилендиамина (ГМД) в воздушной среде с пределом обнаружения 0,02 мкг/м^3 методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с масс-спектрометрическим детектированием с использованием предварительной химической модификации и внутреннего стандарта.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

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

ГОСТ 12.1.019 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 3117 Реактивы. Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4166 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

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

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru азателям 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.

3 Характеристики погрешности измерений

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

Издание официальное

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

4 Описание метода

4.1 Для определения содержания ГМД воздух пропускают через аспирационные устройства, заполненные водой, из воды ГМД затем экстрагируют толуолом.

4.2 Аналит в толуольном растворе подвергают дериватизации пентафторпропионовым ангидридом (ПФПА) (возможно использование трифторуксусного ангидрида либо гептафторбутанового ангидрида). Полученное амидное производное анализируют с помощью высокоэффективной жидкостной хроматографии — масс-спектрометрии с ионизацией термораспылением в режиме селективной регистрации ионов.

4.3 Содержание ГМД определяют с помощью внутреннего стандарта ГМД-d_4. Возможно использование в качестве стандарта другого изотопно-меченного ГМД, однако для этого требуется проверить отсутствие перекрытия сигналов в спектрах стандарта и аналита.

4.4 Для градуировки прибора и расчета калибровочной зависимости готовят серию из шести градуировочных растворов, содержащих переменные количества ПФПА — модифицированного ГМД (ГМД — ПФПА) и фиксированное количество ГМД-d_4 — ПФПА, и анализируют их. Вычисляют фактор калибровки относительно внутреннего стандарта, исходя из площадей соответствующих хроматографических пиков.

4.5 Метод высокочувствителен и селективен.

4.6 Аналогичным методом возможно определение других аминов в воздухе, например изофорондиамина.

5 Средства измерений, реактивы и материалы

5.1 Средства измерений

Хроматограф жидкостный, например Pharmacia LKB HPLC Pump 2248 (Pharmacia, Uppsala, Sweden), с охлаждаемой автоматической системой ввода пробы CMA/200 (Carnegie, Stockholm, Sweden), двумя последовательно соединенными петлевыми инжекторами VICI C6W (Valco Instruments, Houston, TX, USA): с петлей 20 мкл — перед хроматографической колонкой, с петлей 5 мл — после колонки (для калибровки масс-спектрометра).

Колонка Millipore Waters (Milford, MA, USA) Nova Pak C_{18}, 150 × 3,9 мм, зернением 5 мкм.

Тройной квадрупольный масс-спектрометр VG-Quattro (Waters, VG-Biotech, Altrincham, Cheshire, UK) с источником ионизации термораспылением (thermospray).

Весы лабораторные высокого класса точности[1)].

Шприцы аналитические для жидкостной хроматографии вместимостью 50 и 100 мкл.

Пипетки градуированные вместимостью 5 мл по ГОСТ 29227 с погрешностью ± 0,03 мл.

Цилиндры мерные 2—10 и 2—500 по ГОСТ 1770 с погрешностью ± 0,1 и ± 5,0 мл соответственно.

Колбы мерные вместимостью 25 и 250 мл по ГОСТ 1770 с погрешностью ± 0,04 и ± 0,15 мл соответственно, снабженные пробками.

Примечание — Допускается применение других типов средств измерений с метрологическими и техническими характеристиками не ниже указанных.

5.2 Реактивы и материалы

Гексаметилендиамин, х.ч.[2)]

Гексаметилендиамин-d_4 [$H_2NCD_2(CH_2)_4CD_2NH_2$] (MSD isotopes, Merck Frost Canada, Montreal, Canada).

Пентафторпропионовый ангидрид (≥ 99,0 %, Aldrich) либо трифторуксусный ангидрид, х.ч.[3)], либо гептафторобутаноевый ангидрид (≥ 99,0 %, for GC derivatization, Fluka).

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

[2)] В Российской Федерации по ТУ 25-11-1136—75 «Поглотители стеклянные».

[3)] В Российской Федерации по ТУ 6-09-36 «Гексаметилендиамин, чистый».

Вода дистиллированная, деионизованная по ГОСТ 6709.
Толуол[1].
Метанол[2].
Ацетонитрил[3].
Ацетат аммония по ГОСТ 3117.
Полиэтиленгликоль (полиэтиленоксид) 500, 1000 и 1500[4].
Гидроксид натрия по ГОСТ 4328.
Соляная кислота по ГОСТ 3118.
Сульфат натрия безводный по ГОСТ 4166.

Примечание — Допускается применение реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, с квалификацией чистоты не ниже указанной.

5.3 Вспомогательные устройства

Аспирационное устройство[5].
Поглотительные приборы с пористой стеклянной пластинкой[6].
Испарительное устройство Speed-Vac 290 (Savant, Farmingdale, NY, USA) и соответствующие пробирки.
Лабораторная центрифуга Sigma 3E-1 (Sigma, Hartz, Germany).
Емкости стеклянные вместимостью не менее 100 мкл, подходящие по форме и размеру к применяемой автоматической системе ввода пробы по 5.1.
Колбы разной вместимости по ГОСТ 25336.

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.

6.2 Эксплуатация жидкостного хроматографа и 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.

---

[1] В Российской Федерации по ТУ 6-09-4135—75 «Трифторуксусный ангидрид».

[2] В Российской Федерации по ТУ 2631-050-44493179-01 с изм. 1 «Толуол (метилбензол) для хроматографии химически чистый».

[3] В Российской Федерации по ТУ 6-09-1709—77 «Метанол для хроматографии химически чистый».

[4] В Российской Федерации по ТУ 6-09-14-2167—84 «Ацетонитрил (особой чистоты для жидкостной хроматографии)».

[5] В Российской Федерации по ГОСТ Р 51945—2002 «Аспираторы. Общие технические условия».

[6] В Российской Федерации по ТУ 2483-007-71150986—2006 «Полиэтиленгликоли (полиэтиленоксиды) низкомолекулярные».

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.

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 гексаметилендиамина

Готовят раствор соляной кислоты концентрацией 1 моль/л.

На аналитических весах взвешивают 2,5 мг ГМД и помещают в мерную колбу вместимостью 250 мл, содержащую 100 мл 1 М раствора соляной кислоты. Полученный раствор перемешивают встряхиванием, доводят 1 М соляной кислотой до метки и перемешивают встряхиванием. Полученный раствор имеет концентрацию 10 мг/л.

Приготовленный раствор можно хранить при температуре 4 °С в темноте.

9.2.2 Исходный раствор гексаметилендиамина-d_4

На аналитических весах взвешивают 2,5 мг ГМД-d_4 и помещают в мерную колбу вместимостью 250 мл, содержащую 100 мл 1 М раствора соляной кислоты. Полученный раствор перемешивают встряхиванием, доводят 1 М соляной кислотой до метки и перемешивают встряхиванием. Полученный раствор имеет концентрацию 10 мг/л.

Приготовленный раствор можно хранить при температуре 4 °С в темноте.

9.2.3 Градуировочные растворы гексаметилендиамина

Готовят шесть градуировочных растворов в требуемом диапазоне концентраций. Для определения 1 мкг/м^3 ГМД в воздухе это 2—20 мкг/л ГМД. Пределу обнаружения 0,02 мкг/м^3 соответствует концентрация 0,1 мкг/л. Раствор также содержит внутренний стандарт ГМД-d_4.

В колбы вместимостью 25 мл, содержащие 10 мл воды, добавляют рассчитанные количества растворов ГМД и стандарта по 9.2.1 и 9.2.2, перемешивают встряхиванием, доводят растворы водой до метки и премешивают встряхиванием. Пример расчета объемов приведен в таблице 1.

Таблица 1 — Пример характеристик градуировочных растворов ГМД

№ раствора	1	2	3	4	5	6
Концентрация исходного раствора ГМД, мг/л	10	10	10	10	10	10
Объем исходного раствора ГМД, мкл	5	10	15	25	37,5	50
Концентрация исходного раствора ГМД-d_4, мг/л	10	10	10	10	10	10
Объем исходного раствора ГМД-d_4, мкл	125	125	125	125	125	125
Конечный объем раствора, мл	25	25	25	25	25	25
Конечная концентрация ГМД, мкг/л	2	4	6	10	15	20
Конечная концентрация ГМД-d_4, мкг/л	50	50	50	50	50	50
Определяемая концентрация ГМД в воздухе, мкг/м^3	0,4	0,8	1,2	2	3	4

Приготовленные растворы рекомендуется использовать немедленно.

9.3 Подготовка прибора к выполнению измерений

Включают и настраивают хроматограф и масс-спектрометр в соответствии с инструкциями по эксплуатации и описаниями, прилагаемыми к приборам. Устанавливают рабочие параметры, необходимые для проведения измерений. Рабочие параметры приборов должны быть постоянными при измерении во всем диапазоне концентраций. Перед началом измерений добиваются оптимальных параметров чувствительности и стабильности работы приборов. Примерные исходные параметры приведены ниже.

9.3.1 Условия измерения для хроматографа

Объем вводимого раствора: 20 мкл.

Поток элюента: 1 мл/мин.

Состав подвижной фазы: 0,1 М раствора ацетата аммония в системе ацетонитрил:метанол:вода (55:20:25 об. %).

В данных условиях время удерживания ГМД — ПФПА составляло ~ 1,8 мин.

9.3.2 Условия измерения для масс-спектрометра

Допускается использование режимов регистрации положительных и отрицательных ионов. Использование режима регистрации отрицательных ионов позволяет добиться в три — пять раз более высокой чувствительности определения.

Температура ионного источника: 270 °С.

Температура струи термораспыления: 215 °С.

Напряжение репеллера: 140 В.

Ионы, регистрируемые в режиме селективной регистрации ионов с положительной полярностью: 426 $[(M+18)^+]$ для ГМД — ПФПА и 430 $[(M+18)^+]$ для ГМД-d_4 — ПФПА.

Ионы, регистрируемые в режиме селективной регистрации ионов с отрицательной полярностью: 407 $[(M-1)^-]$ для ГМД — ПФПА и 411 $[(M-1)^-]$ для ГМД-d_4 — ПФПА.

Время задержки ионов: 0,2 с.

Задержка между сканами: 0,02 с.

Калибровку в режиме положительных ионов осуществляют с помощью раствора полиэтиленгликолей 500, 1000 и 1500 в подвижной фазе.

В случае использования ГМД с другими типами изотопного замещения как стандарта или в случае отличной от ПФПА химической модификации следует пересчитать значения *m/z* соответствующих ионов.

9.4 Градуировка

Градуировку прибора осуществляют непосредственно перед измерениями концентрации в пробах в начале каждого рабочего дня. Используют подвижную фазу из той же емкости, что будет использована далее для проведения аналитических измерений и контроля качества измерений. Для каждой концентрации проводят два независимых измерения.

Градуировочные растворы по 9.2.3 подвергают экстракции и дериватизации согласно 10.2 и 10.3, за исключением добавления дейтерированного стандарта, который уже содержится в каждой градуировочной пробе.

Производят анализ по 20 мкл шести градуировочных растворов в случайном порядке или в порядке возрастания концентрации, определяют площади пиков на хроматограммах, результаты для каждого значения концентрации усредняют и записывают усредненные площади пиков (A_{Ci}; A_{C1}—A_{C6}) и времена удерживания ГМД t_{Ri}.

Для каждого значения концентрации рассчитывают фактор отклика RF_i по формуле

$$RF_{i,\text{отн}} = \frac{A_{Ci} \cdot C_{di}}{(A_{di} \cdot C_i \cdot V)}, \quad (1)$$

где C_i — концентрация ГМД в *i*-м калибровочном растворе, мкг/л;

C_{di} — концентрация ГМД-d_4 в *i*-м калибровочном растворе, мкг/л;

V — введенный в хроматограф объем (0,02 мл).

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

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

Также рассчитывают среднеарифметическое значение времени удерживания.

Затем рассчитывают среднеквадратическое (стандартное) отклонение (СКО) и соответствующее относительное СКО фактора отклика

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

Относительное СКО $= \frac{\text{СКО}}{RF_{\text{ср}}} \cdot 100\ \%$.

Значения относительного СКО не должны превышать 5 %.

10 Подготовка образцов для измерений

10.1 Пробоотбор

С помощью аспиратора пропускают 15 л воздуха через два поглотительных прибора, заполненные 3 мл воды. Для большей надежности измерений возможен сбор двух независимых проб в идентичных условиях.

10.2 Экстракция толуолом

После окончания сбора пробы полученный раствор перемещают в колбу, прибавляют при внешнем охлаждении льдом ~ 200 мг твердого гидроксида натрия и перемешивают встряхиванием до растворения гидроксида натрия, сохраняя контакт со льдом до окончания растворения. Затем прибавляют 15 мкл раствора внутреннего стандарта по 9.2.2 и перемешивают. К полученному раствору прибавляют 3 мл толуола, колбу закрывают пробкой, встряхивают в течение 10 мин, затем центрифугируют в течение 10 мин при 1500 об/мин. Толуольный слой отделяют и высушивают над безводным сульфатом натрия в течение 10 мин. Раствор декантируют, осушитель промывают 2 мл толуола и объединяют толуольные растворы.

10.3 Дериватизация

К толуольному раствору прибавляют 20 мкл ПФПА и встряхивают в течение 10 мин, прибавляют 2 мл воды и встряхивают в течение 30 с. Толуольный раствор отделяют и упаривают досуха при температуре 40 °С. Остаток растворяют в 100 мкл подвижной фазы и анализируют.

Вместо ПФПА возможно использование трифторуксусного или гептафторбутанового ангидрида.

11 Выполнение измерений

Измерения проводят в тех же условиях и в той же подвижной фазе, в которых проведена градуировка прибора (9.4). Для этого 20 мкл раствора, находящегося при комнатной температуре, вводят в жидкостный хроматограф, в режиме селективной регистрации ионов получают хроматограмму, определяют времена удерживания и площади пиков ионов ГМД (A_s) и ГМД-d_4 (A_d).

Вычисляют содержание C_s ГМД в анализируемой пробе воздуха

$$C_s = \frac{A_s \cdot C_d \cdot V_w}{1000 \cdot \left(RF_{\text{ср. отн}} \cdot A_d \cdot V_s \cdot V_i\right)}, \qquad (4)$$

где V_w — объем воды в поглотительном устройстве (3 мл);

V_s — объем пробы воздуха (0,015 м^3);

V_i — введенный в хроматограф объем (0,02 мл).

Если использовали два параллельных определения, то значения содержания ГМД для них усредняют.

12 Оформление результатов измерений

Результат измерения содержания ГМД представляют в следующем виде

$$\left(C_s \pm 0{,}15 \cdot C_s\right)\ \text{мкг/м}^3. \qquad (5)$$

13 Контроль погрешности

13.1 Проверка чувствительности хроматографа

При подозрительных результатах измерений или резком уменьшении регистрируемых сигналов проверяют чувствительность прибора по градуировочному раствору с наименьшей массовой концентрацией в условиях измерений, указанных в 10.3. Отношение «сигнал:шум» для определяемого соединения должно быть не менее 3:1. Чувствительность прибора восстанавливают в соответствии с рекомендациями, изложенными в руководстве по его эксплуатации.

13.2 Контроль помех по результатам холостого опыта

Холостой опыт проводят через каждые 10—20 проб, чтобы убедиться в отсутствии загрязнений и помех, источниками которых могут быть измерительная система, реактивы и материалы.

Проба в холостом опыте представляет собой фильтр, который помещен в держатель для фильтра и выдержан время, равное используемому времени сбора пробы, но без включения насоса и прокачивания пробы воздуха. Проба должна быть проведена через все соответствующие стадии пробоподготовки и анализа.

В случае обнаружения загрязнений, проявляющихся в появлении сигнала при подходящем 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 Подтверждение калибровки

Периодически (через каждые 10 анализов) необходимо проверять точность начальной калибровки во избежание дрейфа показателей электрохимического детектора.

Для этого производят анализ третьего или четвертого из шести калибровочных растворов. Вычисляют для него значение фактора отклика RF_V аналогично 10.4.

Если разность D по формуле

$$D = \frac{RF_{ср} - RF_V}{RF_{ср}} \cdot 100\ \% \qquad (6)$$

не превышает 15 %, анализ образцов может быть продолжен, в противном случае требуется заново провести калибровку метода.

УДК 661.7:006.86:547.626:006.354 МКС 13.040

Ключевые слова: гексаметилендиамин, пентафторпропионовый ангидрид, высокоэффективная жидкостная хроматография, ионизация термораспылением, масс-спектрометрия

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

Сдано в набор 08.05.2019. Подписано в печать 15.07.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,30.

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 gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru