



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
32533—
2013

ГЕКСАМЕТИЛЕНДИАМИН

Определение содержания в воздушной среде



Издание официальное

Зарегистрирован
№ 8659
19.11.2013 г.



Предисловие

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

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, 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 Российской Федерации

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

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

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

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация также будет опубликована в сети Интернет на сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

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

ГЕКСАМЕТИЛЕНДИАМИН

Определение содержания в воздушной среде

Hexamethylene diamine. Determination in air

Дата введения —

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает процедуру определения содержания гексаметилендиамина (ГМД) в воздушной среде с пределом обнаружения 0,02 мкг/м³ 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 12.1.005–88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.019–2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3117–78 Реактивы. Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 3118–77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 4166–76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4328–77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

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

П р и м е ч а н и е – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт 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 $k = 2$)
 $U_{\text{отн}} = 15 \%$.

П р и м е ч а н и е – Указанная неопределенность соответствует границам относительной суммарной погрешности $\pm 15 \%$ 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-d₄. 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-d₄ – 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 изофенондиамин.

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 C₁₈, 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 по ГОСТ Р 53228.

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., по [2].

Гексаметилендиамин-d₄ (H₂NCD₂(CH₂)₄CD₂NH₂) (MSD isotopes, Merck Frost Canada, Montreal, Canada).

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

Вода дистиллированная, деионизованная по ГОСТ 6709.

Толуол по [4] с изм.1.

Метанол по [5].

Ацетонитрил по [6].

Ацетат аммония по ГОСТ 3117.

Полиэтиленгликоль (полиэтиленоксид) 500, 1000 и 1500 по [7].

Гидроксид натрия по ГОСТ 4328.

Соляная кислота по ГОСТ 3118.

Сульфат натрия безводный по ГОСТ 4166.