

АО «Химсорбент»

УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор
АО «Химтэк Инжиниринг»-
управляющей организации
АО «Химсорбент»



С.А. Луговской

29» марта 2024 г.

**АБСОРБЕНТЫ АМИНОВЫЕ, содержащие
ДИЭТАНОЛАМИН, МЕТИЛДИЭТАНОЛАМИН,
МЕТИЛДИЭТАНОЛАМИН МОДИФИЦИРОВАННЫЙ
СПЕЦИАЛЬНЫЙ.
ВОДНЫЕ РАСТВОРЫ МЕТИЛДИЭТАНОЛАМИНА,
ДИЭТАНОЛАМИНА, МЕТИЛДИЭТАНОЛАМИНА
МОДИФИЦИРОВАННОГО СПЕЦИАЛЬНОГО.**

Методика измерения массовой доли компонентов

04 - М - 57 - 2024

Начальник лаборатории
по контролю производства

Голубева О.В. Голубева
«29» марта 2024 г.

г. Дзержинск, 2024 г.

Лаборатория по контролю производства АО «Химсорбент»	Абсорбенты аминовые, содержащие диэтаноламин, метилдиэтаноламин, метилдиэтаноламин модифицированный специальный. Водные растворы метилдиэтанолamina, диэтанолamina, метилдиэтанолamina модифицированного специального. Методика выполнения измерений массовой доли компонентов методом капиллярной газовой хроматографии.	Номер: 04-М- 57- 2024	
		Страница:2	Из: 22

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику количественного химического анализа компонентов в пробах аминовых абсорбентов, содержащих в качестве основного вещества диэтаноламин, метилдиэтаноламин, метилдиэтаноламин модифицированный специальный, и в пробах водных растворов диэтанолamina, метилдиэтанолamina, метилдиэтанолamina модифицированного специального, используемых в системах газоочистки. Измерения проводят хроматографическим методом с построением градуировки по методу внутренней нормализации с относительными градуировочными коэффициентами или по методу абсолютной градуировки.

Диэтаноламин, метилдиэтаноламин и метилдиэтаноламин модифицированный специальный выпускают по ТУ 2423-003-78722668-2010, 2423-005-11159873-2010 и ТУ 2423-001-11159873-2008. или по другим нормативным документам и договорным (контрактным) спецификациям.

2 ОСНОВНЫЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ МВИ И ДИАПАЗОНЫ ЗНАЧЕНИЙ ИЗМЕРЯЕМЫХ ВЕЛИЧИН

Норма погрешности измерений массовой доли компонентов, установленная техническим заданием на разработку методики измерений, составляет 60 % отн. (при доверительной вероятности 0,95) в диапазоне измерений массовой доли компонентов от 0,1 до 70 % вкл.

Настоящая методика измерения обеспечивает получение результатов измерений с показателями точности, правильности, повторяемости и воспроизводимости, не превышающими значений, приведенных в Таблице 1.

Таблица 1 - Диапазон измерений, значения показателей точности, правильности, повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности при P=0,95

Наименование определяемого компонента	Диапазон анализируемой массовой доли компонента, %	Показатель повторяемости (среднего квадратического отклонения повторяемости) $\sigma_r(\Delta)$, % отн.	Показатель воспроизводимости (среднего квадратического отклонения воспроизводимости) $\sigma_R(\Delta)$, % отн.	Показатель правильности (границы, в которых находится неисключенная систематическая погрешность методики) $\pm\Delta_c$, % отн.	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность методики) $\pm\Delta$, % отн.
1	2	3	4	5	6
Моноэтаноламин (МЭА)	От 0,1 до 10,0 вкл.	9,2	17	19	38
Моноэтиленгликоль (МЭГ)	От 0,1 до 10,0 вкл.	8,2	15	19	36
Метилмоноэтаноламин (ММЭА)	От 0,1 до 10,0 вкл.	8,7	15	19	34

Лаборатория по контролю производства АО «Химсорбент»	Абсорбенты аминовые, содержащие диэтаноламин, метилдиэтаноламин, метилдиэтаноламин модифицированный специальный. Водные растворы метилдиэтанолamina, диэтанолamina, метилдиэтанолamina модифицированного специального. Методика выполнения измерений массовой доли компонентов методом капиллярной газовой хроматографии.	Номер: 04-М- 57- 2024	
		Страница:3	Из: 22

Продолжение таблицы 1

1	2	3	4	5	6
Метоксидиэтиленгликоль (МДЭГ)	От 0,1 до 10,0 вкл.	10	15	19	35
Метилдиэтаноламин (МДЭА)	От 0,1 до 70,0 вкл.	9,7	18	19	40
Диэтаноламин (ДЭА)	От 0,1 до 70,0 вкл.	8,2	15	19	36
Гидроксиэтилметилпиперазин (ГЭМП)	От 0,1 до 10,0 вкл.	7,3	11	19	29
Гидроксиэтилпиперазин (ГЭП)	От 0,1 до 10,0 вкл.	8,1	13	19	31
Метокси-триэтиленгликоль (МТрЭГ)	От 0,1 до 10,0 вкл.	9,9	15	19	35
Триэтиленгликоль (ТЭГ)	От 0,1 до 10,0 вкл.	8,8	12	19	31
Бис-гидроксиэтилпиперазин (БГЭП)	От 0,1 до 10,0 вкл.	8,4	13	19	32
Метокситетраэтиленгликоль (МТеЭГ)	От 0,1 до 10,0 вкл.	10	16	20	37
N,N Бис-(2-гидроксиэтил)глицин (Бицин)	От 0,1 до 10,0 вкл.	10	24	19	52
Гидроксиэтилоксазолон (ГЭОД)	От 0,1 до 10,0 вкл.	9,3	17	22	39
1-(2-Гидроксиэтил) 2-имидазолидинон (ГЭИ)	От 0,1 до 10,0 вкл.	9,6	18	22	40
Метоксипентаэтиленгликоль (МПЭГ)	От 0,1 до 10,0 вкл.	10	14	22	34
Пиперазин	От 0,1 до 10,0 вкл.	3,2	4,5	19	21

3 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

Сущность метода заключается в разделении компонентов анализируемой смеси на капиллярной колонке и их детектировании с помощью пламенно-ионизационного детектора. Во избежание загрязнения и перегрузки хроматографической системы анализируемые пробы перед вводом в хроматограф разбавляются в 25 раз дистиллированной водой. Идентификацию компонентов проводят по индивидуальным химическим веществам.

Обработывая хроматограммы по методу внутренней нормализации с относительными градуировочными коэффициентами, или по методу абсолютной градуировки, используя площадь в качестве параметра хроматографического пика, находят массовую долю

Лаборатория по контролю производства АО «Химсорбент»	Абсорбенты аминовые, содержащие диэтаноламин, метилдиэтаноламин, метилдиэтаноламин модифицированный специальный. Водные растворы метилдиэтанолamina, диэтанолamina, метилдиэтанолamina модифицированного специального. Методика выполнения измерений массовой доли компонентов методом капиллярной газовой хроматографии.	Номер: 04-М- 57- 2024	
		Страница:4	Из: 22

веществ в массовых процентах. При обработке хроматографических данных методом внутренней нормализации с относительными градуировочными коэффициентами, предварительно необходимо провести определение массовой доли воды в анализируемой пробе по п.2 ГОСТ 14870. Метод абсолютной градуировки выбирают, если есть возможность автоматического ввода пробы (авто сэмплер) и при необходимости, например, если требуется измерить массовую долю одного из компонентов без определения всех других компонентов.

4 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

ГОСТ 949-73 Баллоны стальные малого и среднего объема для газов на $P_r \leq 19,6$ МПа (200 кгс/см кв.). Технические условия

ГОСТ 13861–89 Редукторы для газопламенной обработки. Общие технические условия

ГОСТ 14870-77 Продукты химические. Методы определения воды.

ГОСТ 17433–80 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

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

ГОСТ 26703–93 Хроматографы аналитические газовые. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ Р 53228-2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 55878-2013 Спирт этиловый технический гидролизный ректифицированный. Технические условия.

ГОСТ Р 58144–2018 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ OIML R 111-1-2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Гири классов E (индекс 1), E (индекс 2), F (индекс 1), F (индекса 2), M (индекс 1), M (индекс 1-2), M (индекс 2), M (индекс 2-3) и M (индекс 3). Часть 1. Метрологические и технические требования

ТУ 25-11.1513-79 Барометр-анероид метеорологический БАММ-1. Технические условия.

ТУ 2.833-106 Микрошприц МШ-10 М. Технические условия.

ТУ 2423-005-11159873-2010 Метилдиэтаноламин. Технические условия.

ТУ 2423-001-11159873-2008 Метилдиэтаноламин модифицированный специальный. Технические условия.

ТУ 2423-003-78722668-2010 Диэтаноламин. Технические условия.

ТУ 9461-010–00480514-99 Флаконы из трубки стеклянной. Технические условия.

ТУ 0271-135-31323949-2005 Гелий газообразный сжатый марки А. Технические условия.

П р и м е ч а н и е – При пользовании настоящим документом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по соответствующим указателям, составленным на 1 января текущего года, и информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

Лаборатория по контролю производства АО «Химсорбент»	Абсорбенты аминовые, содержащие диэтаноламин, метилдиэтаноламин, метилдиэтаноламин модифицированный специальный. Водные растворы метилдиэтанолamina, диэтанолamina, метилдиэтанолamina модифицированного специального. Методика выполнения измерений массовой доли компонентов методом капиллярной газовой хроматографии.	Номер: 04-М- 57- 2024	
		Страница:5	Из: 22

5 ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ИЗМЕРЕНИЯ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫМ УСТРОЙСТВАМ, МАТЕРИАЛАМ И РЕАКТИВАМ

- Аппаратно-программный хроматографический комплекс на базе лабораторного хроматографа с пределом допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала для капиллярного варианта не более 5 % отн. (например, ГосРеестр № 21064-06), включающий:
 - аппаратно-программный блок электронного управления хроматографическим комплексом, блок обработки и хранения хроматографической информации с компьютерным программным обеспечением;
 - пламенно-ионизационный детектор (ПИД), имеющий предел детектирования по гептану в нонане не хуже, чем $2 \cdot 10^{-11}$ г/с.
 - термостат колонок, обеспечивающий программируемое регулирование скорости подъема температуры и поддержание заданной температуры;
 - колодку хроматографическую кварцевую капиллярную длиной 30 м, диаметром 0,32 мм с толщиной пленки 1 мкм «Rtx-35 Amine»;
 - испаритель;
 - электрохимический генератор водорода, обеспечивающий расход водорода не менее 40 см³/мин.
- Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228, специального класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 0,2 кг; с наибольшим пределом взвешивания 200 г, с минимальным пределом взвешивания 0,01 г.
- Гири по ГОСТ OIML R 111-1 (при необходимости);
- Гигрометр психрометрический ВИТ-2
- Барометр - aneroid с диапазоном измерений от 79,5 до 106,5 кПа и ценой деления 0,1 кПа по ТУ 25-11.1513-79;
- Микрошприц МШ-10 по ТУ 2.833-106;
- Шприцы одноразовые медицинские вместимостью 2 см³ или 5 см³.
- Капельница 2-25 ХС ГОСТ 25336-82, или капельница 2-50 ХС ГОСТ 25336-82
- Флаконы из трубки стеклянной вместимостью 10 см³ по ТУ 9461-010-00480514-99 с резиновой пробкой;
- Флаконы вместимостью от 100 до 150 см³ с герметично закрывающимися крышками;
- Гелий газообразный марки А по ТУ 0271-135-31323949-2005;
- Воздух сжатый класса 1 по ГОСТ 17433;
- Метилдиэтаноламин с содержанием основного вещества не менее 99 %;
- Диэтаноламин с содержанием основного вещества не менее 99 %;
- Моноэтаноламин с содержанием основного вещества не менее 99 %;
- Метилмоноэтаноламин с содержанием основного вещества не менее 99 %;
- 1-(2-Гидроксиэтил)- 4-метил пиперазин (ГЭМП) с содержанием основного вещества не менее 95%;
- Гидроксиэтилпиперазин (ГЭП) с содержанием основного вещества не менее 99 %;
- Бис-гидроксиэтилпиперазин (БГЭП) с содержанием основного вещества не менее 99 %;
- N,N Бис-(2-гидроксиэтил)глицин (Бицин) с содержанием основного вещества не менее 99%;
- 3-(2-гидроксиэтил)-2-оксазолидин-2-он (ГЭОД) с содержанием основного вещества не менее 75 %;
- 1-(2-Гидроксиэтил) 2-имидазолидинон (ГЭИ) раствор в воде с содержанием основного вещества не менее 70 %;

Лаборатория по контролю производства АО «Химсорбент»	Абсорбенты аминовые, содержащие диэтаноламин, метилдиэтаноламин, метилдиэтаноламин модифицированный специальный. Водные растворы метилдиэтанолamina, диэтанолamina, метилдиэтанолamina модифицированного специального. Методика выполнения измерений массовой доли компонентов методом капиллярной газовой хроматографии.	Номер: 04-М- 57- 2024	
		Страница:6	Из: 22

- Триэтиленгликоль с содержанием основного вещества не менее 99 %
- Метокситетраэтиленгликоль с содержанием основного вещества не менее 95 %
- Monoэтиленгликоль с содержанием основного вещества не менее 99 %
- Метокситриэтиленгликоль с содержанием основного вещества не менее 99 %
- Метоксидиэтиленгликоль с содержанием основного вещества не менее 98 %
- Метоксипентаэтиленгликоль с содержанием основного вещества не менее 90%
- Пиперазин с содержанием основного вещества не менее 99 %
- Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144-2018;
- Спирт этиловый технический гидролизный ректифицированный ГОСТ Р 55878-2013:
- Реактивы, растворы, аппаратура и материалы по п.2.2 ГОСТ 14870-77;
- Титратор автоматический серии 900 Ti-Touch модель 915 KF Ti-Touch "Metrohm", для для определения массовой доли в оды в диапазоне от 0,001% до 100% с отн.погреш. ± 3,0 %.

Примечание: Все применяемые в методике средства измерения должны быть утвержденного типа и включены в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений. Средства измерения должны быть поверены в установленные сроки. Допускается использование других средств измерений утвержденных типов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных, в том числе капиллярных колонок для определения аминов HP-1, VertiBond 1, ZB-1, а также реактивов по квалификации не хуже указанных.

6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.

При выполнении методики следует руководствоваться “Основными правилами безопасной работы в химических лабораториях”, “Правилами пожарной безопасности при эксплуатации предприятий химической промышленности”, “Правилами технической эксплуатации электроустановок потребителей и правилами техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей”, указаниями по мерам безопасности, изложенными в техническом описании и инструкции по эксплуатации хроматографа и генератора водорода.

7 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

Измерения по методике проводятся лаборантами химического анализа 5 разряда согласно «Единого тарифно-квалификационного справочника», прошедшими обучение газохроматографическим методам анализа и имеющими опыт работы в данной области. Исполнитель методики должен быть также обучен навыкам пользователя персонального компьютера.

8 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 Условия окружающей среды должны соответствовать требованиям, указанным в инструкции по эксплуатации хроматографа.

8.2 При выполнении хроматографических измерений должны выполняться условия

Лаборатория по контролю производства АО «Химсорбент»	Абсорбенты аминовые, содержащие диэтаноламин, метилдиэтаноламин, метилдиэтаноламин модифицированный специальный. Водные растворы метилдиэтанолamina, диэтанолamina, метилдиэтанолamina модифицированного специального. Методика выполнения измерений массовой доли компонентов методом капиллярной газовой хроматографии.	Номер: 04-М- 57- 2024	
		Страница:7	Из: 22

в соответствии с ГОСТ 26703.

8.3 Диапазоны измерений применяемых вспомогательных средств измерений (термометра, гигрометра, барометра) должны соответствовать диапазонам измерений контролируемых параметров окружающей среды.

8.4 Основные и вспомогательные средства измерений применяют в соответствии с требованиями руководства по эксплуатации и безопасности их применения.

9 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1 Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

- монтаж и подготовку аппаратуры;
- установку хроматографической колонки (в случае, если монтаж хроматографической колонки не проведен организацией – изготовителем);
- кондиционирование или регенерацию хроматографической колонки;
- настройку хроматографического оборудования;
- градуировку хроматографа.

9.1.1 Монтаж и подготовка аппаратуры

Монтаж электрических, газовых линий и подготовку аппаратуры к измерениям осуществляют согласно соответствующим разделам эксплуатационных документов организации-изготовителя.

9.1.2 Установка хроматографической колонки

Хроматографическая колонка может входить в комплект поставки и устанавливаться в хроматограф в организации-изготовителе. Установка или замену хроматографической колонки в лаборатории проводит сервисный инженер или специалист пользователя в соответствии с указаниями, приведенными в руководстве по эксплуатации хроматографа.

9.1.3 Кондиционирование и регенерация хроматографической колонки

Кондиционирование хроматографической колонки проводят при запуске прибора в эксплуатацию в соответствии с рекомендациями организации-изготовителя.

Регенерацию хроматографической колонки в процессе эксплуатации проводят:

- при превышении значения уровня шумов нулевой линии, приведенного в методике поверки;
- при ухудшении разделительных характеристик хроматографической колонки, при котором разрешение пиков выходит за установленные пределы;
- при изменении времени удерживания компонентов более границ временных окон, определенных при первичной настройке хроматографа и установленных в программе сбора и обработки хроматографических данных.

Регенерацию хроматографической колонки проводят непосредственно в рабочем хроматографе в соответствии с рекомендациями организации-изготовителя.

9.1.4 Настройка хроматографического оборудования

Лаборатория по контролю производства АО «Химсорбент»	Абсорбенты аминовые, содержащие диэтаноламин, метилдиэтаноламин, метилдиэтаноламин модифицированный специальный. Водные растворы метилдиэтанолamina, диэтанолamina, метилдиэтанолamina модифицированного специального. Методика выполнения измерений массовой доли компонентов методом капиллярной газовой хроматографии.	Номер: 04-М- 57- 2024	
		Страница:8	Из: 22

Первичная настройка хроматографического оборудования проводится в организации-изготовителе.

Настройка рабочего режима хроматографического оборудования, проводится сервисным инженером поставщика или оператором самостоятельно, согласно эксплуатационной документации на хроматографическое оборудование.

9.1.5 Настройка программно-аппаратного комплекса.

Подключение хроматографического комплекса к персональному компьютеру, а также его программная настройка осуществляется в соответствии с рекомендациями «Руководство пользователя».

9.2 Устанавливают рабочий режим хроматографического анализа:

Хроматограф выводят на рабочий режим согласно инструкции по эксплуатации прибора и проверяют стабильность нулевой линии при условиях анализа на максимальной чувствительности регистрирующего прибора:

Таблица 2 – Условия проведения хроматографического анализа

Параметр	Значение
Хроматографическая колонка	Rtx-35 Amine (длина - 30 м, диаметр – 0,35 мм) с нанесенной фазой – 35 % дифенил и 65% диметилполисилоксан (толщина пленки – 1 мкм)
Температурный режим работы термостата колонки	Программируемый
Начальная температура термостата колонки, °С	150
Время удерживания начальной температуры, термостата колонки, мин	7
Конечная температура, °С	200
Скорость подъема температуры, °С/мин	15
Время удерживания конечной температуры, термостата колонки, мин	20
Температура испарителя, °С	250
Детектор	ПИД
Температура детектора, °С	280
Газ носитель	Гелий
Объемный расход газа-носителя через колонку, см ³ /мин	1,0
Объемный расход газа-носителя на сброс пробы, см ³ /мин	60
Объемный расход водорода, см ³ /мин	30
Объемный расход воздуха, см ³ /мин	300
Деление потока	1:60
Объем анализируемой пробы, мкл	1

Лаборатория по контролю производства АО «Химсорбент»	Абсорбенты аминовые, содержащие диэтаноламин, метилдиэтаноламин, метилдиэтаноламин модифицированный специальный. Водные растворы метилдиэтанолamina, диэтанолamina, метилдиэтанолamina модифицированного специального. Методика выполнения измерений массовой доли компонентов методом капиллярной газовой хроматографии.	Номер: 04-М- 57- 2024	
		Страница:9	Из: 22

Во избежание попадания механических загрязнений в шприц и испаритель анализируемый раствор абсорбента фильтруют через бумажные фильтры.

Анализируемую пробу вводят в испаритель, одновременно включая программирование температуры. Записывают хроматограмму. Пример хроматограммы приведен на рисунке 1 Приложение А. Определяют абсолютное время удерживания индивидуальных компонентов.

Допускается изменение указанных параметров при условии положительного результата контроля внутрилабораторной прецизионности по п. 13.3 и полном разделении определяемых компонентов.

Порядок выхода и времена удерживания компонентов смеси указаны в таблице 3.

Таблица 3

Наименование компонента	Абсолютное время удерживания, мин
Моноэтаноламин (МЭА)	1,55 -1,65
Моноэтиленгликоль (МЭГ)	1,66-1,70
Пиперазин	2,20-2,30
Монометилмоноэтаноламин (ММЭА)	1,70-1,78
Метоксидиэтиленгликоль	2,59-2,80
Метилдиэтаноламин (МДЭА)	4,12-4,23
Диэтаноламин (ДЭА)	4,32-4,40
Гидроксиэтилметилпиперазин (ГЭМП)	5,48-5,63
Гидроксиэтилпиперазин (ГЭП)	6,51-6,64
Метокситриэтиленгликоль	7,44 - 7,51
Триэтиленгликоль	8,32 - 8,38
Метокситетраэтиленгликоль	14,08 - 14,24
Бис-гидроксиэтилпиперазина (БГЭП)	14,31- 14,50
Гидроксиэтилоксазолон (ГЭОД)	14,85- 15,1
N,N Бис-(2-гидроксиэтил)глицин (Бицин)	14,62-15,43
1-(2-Гидроксиэтил) 2-имидазолидинон (ГЭИ)	17,60-18,16
Метоксипентаэтиленгликоль	27,41- 27,71

Примечание: При изменении условий хроматографического анализа абсолютные времена удерживания могут измениться, при этом порядок выхода компонентов сохраняется только при использовании капиллярной колонки Rtx-35 Amine. На капиллярных колонках других производителей необходимо определить (подтвердить) порядок выхода и время компонентов с использованием индивидуальных чистых веществ для хроматографии, указанных в п.5 методики. Время выхода каждого компонента определяется путем хроматографирования (не менее 3-х раз) смеси одного компонента с дистиллированной водой.

Лаборатория по контролю производства АО «Химсорбент»	Абсорбенты аминовые, содержащие диэтаноламин, метилдиэтаноламин, метилдиэтаноламин модифицированный специальный. Водные растворы метилдиэтанолamina, диэтанолamina, метилдиэтанолamina модифицированного специального. Методика выполнения измерений массовой доли компонентов методом капиллярной газовой хроматографии.	Номер: 04-М- 57- 2024	
		Страница:10	Из: 22

9.3 Обработка хроматографических данных.

9.3.1 Градуировка хроматографа по методу абсолютной градуировки.

Градуировку хроматографа проводят с использованием градуировочных смесей, содержащих определяемые вещества.

9.3.1.1. Для приготовления градуировочных смесей навески определяемых веществ растворяют дистиллированной водой во флаконах из трубки стеклянной вместимостью 10 см³ до необходимой массовой доли компонента или компонентов. Для лучшего растворения навесок кристаллических веществ, градуировочную смесь можно нагревать на водяной бане до 75 °С, при перемешивании встряхиванием. Готовят не менее 3 градуировочных смесей с значениями массовой доли этого компонента равномерно расположенным по всему диапазону измерений (в начале, середине и конце диапазона).

Расчет массовой доли компонентов смеси, X_i , %, приготовленной градуировочной смеси рассчитывают по формуле:

$$X_i = \frac{m_i}{m_p} \cdot A_i, \quad (2)$$

где m_i - масса определяемого вещества, г;

m_p - масса раствора, г;

A_i - массовая доля основного вещества i – го компонента в навеске индивидуального химического вещества, %, принятая в соответствии с Приложением Б;

Результаты взвешивания при приготовлении градуировочных смесей записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Расчеты ведут до второго десятичного знака.

Готовые градуировочные смеси герметично закрывают и тщательно перемешивают встряхиванием. На флакон с градуировочной смесью наклеивают этикетку со следующей информацией:

- массовая доля компонентов, %;
- дата приготовления;
- срок хранения смеси;
- подпись оператора.

Срок хранения градуировочных смесей 24 месяца.

Для определения градуировочных коэффициентов определяемых веществ проводят хроматографирование градуировочных смесей при условиях хроматографического разделения применяемой методики измерений по п 9.2.

9.3.1.2 Подготовка градуировочной смеси к хроматографированию:

Отобранную чистым шприцем через резиновую крышку, градуировочную смесь по каплям внести в пенициллиновый флакон в количестве 0,2 г . С помощью капельницы добавить во флакон 4,8 г дистиллированной воды, герметично закрыть и тщательно перемешать встряхиванием. Взвешивание проводят на аналитических весах, аккуратно

Лаборатория по контролю производства АО «Химсорбент»	Абсорбенты аминовые, содержащие диэтаноламин, метилдиэтаноламин, метилдиэтаноламин модифицированный специальный. Водные растворы метилдиэтанолamina, диэтанолamina, метилдиэтанолamina модифицированного специального. Методика выполнения измерений массовой доли компонентов методом капиллярной газовой хроматографии.	Номер: 04-М- 57- 2024	
		Страница: 11	Из: 22

добавляя по каплям компоненты, каждый раз взвешивая после добавления, до нужного веса.

Результаты взвешивания записывают до 4 знака после запятой, рассчитывают коэффициент разбавления градуировочной смеси с точностью до второго знака после запятой, и вносят коэффициент разбавления в программу обработки хроматографических данных.

Возможно хроматографирование градуировочной смеси без разбавления, если сама проба анализируется на стадии до загрузки в систему, и не загрязнена примесями.

9.3.1.3 Устанавливают рабочий режим хроматографа. После стабилизации нулевой линии проводят хроматографирование каждой подготовленной градуировочной смеси не менее трех раз.

Ввод подготовленных градуировочных смесей и анализируемых проб в испаритель хроматографа осуществляют микрошприцем. Набор жидкости в микрошприц проводят без открывания флакона, прокалывая иглой резиновую пробку Шток микрошприца после ввода пробы фиксируют рукой и в таком состоянии микрошприц удаляют из испарителя.

Шприц, непосредственно перед вводом пробы, промывают анализируемым раствором не менее 5 раз.

При переходе к хроматографированию другой смеси или пробы микрошприц промывают водой, этиловым спиртом, сушат, продувая сжатым воздухом. Объем воды на и этилового спирта на промывку шприцев составляет 0,1 см³ на 1 анализ.

Рассчитанные значения массовых долей компонентов каждой градуировочной смеси вносят в таблицу концентраций (режим градуировки программного обеспечения системы).

Градуировку рассчитывают по методу наименьших квадратов. Для расчета градуировочной характеристики для каждого компонента смеси с помощью программы обработки хроматографических данных выбирают метод абсолютной градуировки и аналитическое выражение зависимости $Y_i = K_i \cdot S_i$, где Y_i – массовая доля определяемого вещества, %; K_i – градуировочный коэффициент i -го компонента по методу абсолютной градуировки; S_i – площадь пика определяемого вещества (среднеарифметическое значение), ед. счета.

9.3.1.4 Проверку градуировки хроматографической системы проводят непосредственно перед проведением серии измерений, хроматографируя одну приготовленную по п. 9.3.1 градуировочную смесь со значениями массовой доли компонентов смеси около ожидаемого значения.

Далее рассчитывают проверочные абсолютные градуировочные коэффициенты K_{Pi} определяемых веществ с использованием программного обеспечения или вручную по формуле:

$$K_{Pi} = X_i / S_i \quad (3)$$

где X_i – массовая доля определяемого вещества в градуировочной смеси, рассчитанная по формуле (2), %;

S_i – площадь пика определяемого вещества в градуировочной смеси (среднеарифметическое значение), ед. счета.

Лаборатория по контролю производства АО «Химсорбент»	Абсорбенты аминовые, содержащие диэтаноламин, метилдиэтаноламин, метилдиэтаноламин модифицированный специальный. Водные растворы метилдиэтанолamina, диэтанолamina, метилдиэтанолamina модифицированного специального. Методика выполнения измерений массовой доли компонентов методом капиллярной газовой хроматографии.	Номер: 04-М- 57- 2024	
		Страница: 12	Из: 22

Результат проверки признают удовлетворительным, если K_{Pi} отличается от K_i , не более чем на 10 % отн.

При невыполнении условия проверку повторяют. При повторном невыполнении условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению. Если причины найти не удалось, заново проводят градуировку хроматографической системы.

9.3.1.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят по трем точкам градуировочной шкалы для каждого компонента не реже чем один раз в 6 месяцев.

Градуировочную характеристику считают стабильной, если измеренное значение массовой доли любого из компонентов в градуировочном растворе отличается от расчетного значения (массовой доли выбранного градуировочного раствора) не более чем на 10 % отн. Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют и устраняют причины нестабильности и повторяют контроль с использованием того же или других градуировочных растворов, предусмотренных методикой. При повторном превышении указанного норматива заново проводят градуировку хроматографической системы.

9.3.2 Градуировка хроматографа методом внутренней нормализации с относительными градуировочными коэффициентами.

Градуировку хроматографа проводят с использованием градуировочных смесей, содержащих определяемые вещества.

9.3.2.1 Для приготовления градуировочной смеси в чистый сухой пенициллиновый флакон вместимостью 10 см³ последовательно вносят компоненты смеси. После добавления каждого компонента проводят взвешивание флакона.

Пенициллиновый флакон герметично закрывают крышкой, тщательно перемешивают. Для лучшего растворения навесок кристаллических веществ, градуировочную смесь можно нагревать на водяной бане до 75 °С, при перемешивании встряхиванием. Готовят не менее 3 градуировочных смесей с значениями массовой доли этого компонента равномерно расположенным по всему диапазону измерений (в начале, середине и конце диапазона).

Расчет массовой доли компонентов смеси, X_i , %, приготовленной градуировочной смеси рассчитывают по формуле:

$$X_i = \frac{m_i \cdot A_i}{m} \quad (4)$$

m_i - масса i – го компонента градуировочной смеси, г;

A_i - массовая доля основного вещества i – го компонента в навеске индивидуального химического вещества, %, принятая в соответствии с Приложением Б;

m - масса градуировочной смеси, г.

Результаты взвешивания при приготовлении градуировочных смесей записывают с точностью до четвертого десятичного знака.

Расчеты ведут до второго десятичного знака.

Лаборатория по контролю производства АО «Химсорбент»	Абсорбенты аминовые, содержащие диэтаноламин, метилдиэтаноламин, метилдиэтаноламин модифицированный специальный. Водные растворы метилдиэтанолamina, диэтанолamina, метилдиэтанолamina модифицированного специального. Методика выполнения измерений массовой доли компонентов методом капиллярной газовой хроматографии.	Номер: 04-М- 57- 2024	
		Страница: 13	Из: 22

Готовые градуировочные смеси герметично закрывают и тщательно перемешивают встряхиванием. На флакон с градуировочной смесью наклеивают этикетку со следующей информацией:

- массовая доля компонентов, %;
- дата приготовления;
- срок хранения смеси;
- подпись оператора.

Для определения градуировочных коэффициентов определяемых веществ проводят анализ градуировочных смесей при условиях хроматографического разделения применяемой методики измерений.

Срок хранения градуировочных смесей 24 месяцев.

9.3.2.2 Подготовка градуировочной смеси к хроматографированию:

Отобранную чистым шприцем через резиновую крышку, градуировочную смесь по каплям внести в пенициллиновый флакон в количестве $(0,20 \pm 0,02)$ г. С помощью капельницы добавить во флакон $(4,80 \pm 0,02)$ г дистиллированной воды, герметично закрыть и тщательно перемешать встряхиванием. Взвешивание проводят на аналитических весах, аккуратно добавляя по каплям компоненты, каждый раз взвешивая после добавления, до нужного веса.

9.3.2.3 Устанавливают рабочий режим хроматографа. После стабилизации нулевой линии проводят хроматографирование каждой подготовленной градуировочной смеси не менее трех раз.

Ввод подготовленных градуировочных смесей и анализируемых проб в испаритель хроматографа осуществляют микрошприцем. Набор жидкости в микрошприц проводят без открывания флакона, прокалывая иглой резиновую пробку Шток микрошприца после ввода пробы фиксируют рукой и в таком состоянии микрошприц удаляют из испарителя.

Шприц, непосредственно перед вводом пробы, промывают анализируемым раствором не менее 5 раз.

При переходе к хроматографированию другой смеси или пробы микрошприц промывают водой, этиловым спиртом, сушат, продувая сжатым воздухом. Объем воды на и этилового спирта на промывку шприцев составляет $0,1 \text{ см}^3$ на 1 анализ.

Рассчитанные значения массовых долей компонентов каждой градуировочной смеси вносят в таблицу концентраций (режим градуировки программного обеспечения системы).

Относительные градуировочные коэффициенты рассчитывают в рамках программного обеспечения, по формуле:

$$K_{Hi} = \frac{X_i \cdot S_{\text{ст. МДЭА (ДЭА)}}}{X_{\text{ст. МДЭА (ДЭА)}} \cdot S_i} \quad (5)$$

X_i – массовая доля i -го компонента в градуировочной смеси, рассчитанная по формуле (4), %;

Лаборатория по контролю производства АО «Химсорбент»	Абсорбенты аминовые, содержащие диэтанолламин, метилдиэтанолламин, метилдиэтанолламин модифицированный специальный. Водные растворы метилдиэтанолламина, диэтанолламина, метилдиэтанолламина модифицированного специального. Методика выполнения измерений массовой доли компонентов методом капиллярной газовой хроматографии.	Номер: 04-М- 57- 2024	
		Страница: 14	Из: 22

$S_{ст.МДЭА (ДЭА)}$ – площадь пика компонента, выбранного основным (метилдиэтанолламина или диэтанолламина) в градуировочной смеси, ед. счета;

$X_{ст.МДЭА (ДЭА)}$ – массовая доля метилдиэтанолламина (диэтанолламина) в градуировочной смеси, рассчитанная по формуле (4), %;

S_i – площадь пика i -го компонента в градуировочной смеси, ед. счета.

Находят среднее арифметическое значение градуировочного коэффициента по каждой градуировочной смеси. Градуировочный коэффициент признают приемлемым, если выполняются условия:

1) коэффициент корреляции (R) не менее 0,95. Коэффициент корреляции вычисляется с помощью программного обеспечения;

2) относительное среднеквадратичное отклонение (СКО) ≤ 10 %. СКО рассчитывается с помощью программного обеспечения.

Если результаты не удовлетворяют этим двум условиям, то выясняют причину и проводят градуировку хроматографа методом внутренней нормализации с относительными градуировочными коэффициентами заново.

Градуировочный коэффициент основного компонента принимается равным 1.

9.3.2.4 Проверку градуировки хроматографической системы проводят непосредственно перед проведением серии измерений, хроматографируя одну приготовленную по п. 9.3.1 градуировочную смесь со значениями массовой доли компонентов смеси около ожидаемого значения.

Далее рассчитывают абсолютные градуировочные коэффициенты K_i определяемых веществ с использованием программного обеспечения или вручную по формуле:

$$K_{ПНi} = \frac{X_i \cdot S_{ст.МДЭА (ДЭА)}}{X_{ст.МДЭА (ДЭА)} \cdot S_i} \quad (6)$$

X_i – массовая доля i -го компонента в градуировочной смеси, рассчитанная по формуле (4), %;

$S_{ст.МДЭА (ДЭА)}$ – площадь пика компонента, выбранного основным (метилдиэтанолламина или диэтанолламина) в градуировочной смеси, ед. счета;

$X_{ст.МДЭА (ДЭА)}$ – массовая доля метилдиэтанолламина (диэтанолламина) в градуировочной смеси, рассчитанная по формуле (4), %;

S_i – площадь пика i -го компонента в градуировочной смеси, ед. счета.

Результат проверки признают удовлетворительным, если $K_{ПНi}$ отличается от K_{Ni} не более чем на 10 % отн.

При невыполнении условия проверку повторяют. При повторном невыполнении условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению. Если причины найти не удалось, заново проводят градуировку хроматографической системы.

Лаборатория по контролю производства АО «Химсорбент»	Абсорбенты аминовые, содержащие диэтаноламин, метилдиэтаноламин, метилдиэтаноламин модифицированный специальный. Водные растворы метилдиэтанолamina, диэтанолamina, метилдиэтанолamina модифицированного специального. Методика выполнения измерений массовой доли компонентов методом капиллярной газовой хроматографии.	Номер: 04-М- 57- 2024	
		Страница:15	Из: 22

10 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

10.1 Отбор и хранение проб

Отбор проб водных растворов аминов для проведения анализа осуществляют в соответствии с порядком, принятом на предприятии.

На анализ в лабораторию принимается проба в плотно закрывающейся (стеклянной или пластиковой) таре с этикеткой с указанием наименования аминового сорбента или водного раствора продукта, даты и места отбора пробы, должности и фамилии лица, отобравшего пробу. Количество пробы на анализ должно быть не менее 100 см³.

10.2 Сроки хранения проб после анализа - не менее 1,5 месяца с даты приема пробы в лабораторию.

10.3 Утилизация проб проводится в порядке, установленном на предприятии.

11 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Хроматографический анализ проб проводят при тех же условиях (таблица 2), что и при определении градуировочных коэффициентов.

11.2 Подготовка пробы к анализу.

В пенициллиновый флакон по каплям внести анализируемую пробу в количестве $(0,20 \pm 0,02)$ г. С помощью капельницы добавить во флакон $(4,80 \pm 0,02)$ г дистиллированной воды, герметично закрыть и тщательно перемешать встряхиванием. Взвешивание проводят на аналитических весах каждый раз взвешивая после добавления, до нужного веса.

При использовании метода абсолютной градуировки по результатам взвешивания рассчитывается коэффициент разбавления анализируемой пробы, аналогично коэффициенту разбавлению градуировочных смесей по п. 9.3.1.2 и вносится в программу обработки хроматографических данных.

При использовании метода внутренней нормализации с относительными градуировочными коэффициентами, разбавление пробы учитывать не требуется.

11.3 Устанавливают рабочий режим хроматографа. После стабилизации нулевой линии проводят хроматографирование подготовленной по п.11.2 анализируемой пробы.

11.4 В процессе работы, если смещается время выхода пиков компонентов или уменьшается их площадь, необходимо проводить промывку капиллярной колонки. Промывают колонку два раза дистиллированной водой по 1 мкл в рабочем режиме хроматографирования.

12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1 Обработку результатов измерений методом абсолютной градуировки осуществляют с помощью программного обеспечения хроматографического комплекса.

Лаборатория по контролю производства АО «Химсорбент»	Абсорбенты аминовые, содержащие диэтаноламин, метилдиэтаноламин, метилдиэтаноламин модифицированный специальный. Водные растворы метилдиэтанолamina, диэтанолamina, метилдиэтанолamina модифицированного специального. Методика выполнения измерений массовой доли компонентов методом капиллярной газовой хроматографии.	Номер: 04-М- 57- 2024	
		Страница: 16	Из: 22

Значение массовой доли определяемых веществ Y_i , %, после завершения анализа вычисляются автоматически с использованием программного обеспечения или вручную по формуле

$$Y_i = K_i \cdot S_i \quad (6)$$

где K_i – градуировочный коэффициент определяемого вещества;

S_i – площадь пика определяемого вещества (среднеарифметическое значение), ед. счета.

За результат измерения массовой доли компонентов принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать значения предела повторяемости (сходимости) r , приведенного в таблице 4 настоящей методики.

Числовые значения результата измерения рассчитывают с точностью до второго десятичного знака.

При абсолютной градуировке неидентифицированные примеси не определяются.

12.2 Обработка результатов измерения методом внутренней нормализации с относительными градуировочными коэффициентами.

12.2.1 В пробе аминового сорбента определяют массовую долю воды Z_B по ГОСТ 14870-77 (п.2). Вычисляют массовую долю суммы аминов в растворе абсорбента по формуле:

$$K_B = 100 - Z_B \quad (7)$$

Полученное значение K_B вносится оператором в программу обработки хроматограммы.

12.2.2 Расчет массовых долей компонентов и неидентифицируемых примесей в анализируемой пробе с учетом воды, кроме основного вещества метилдиэтанолamina или диэтанолamina, проводится в рамках программного обеспечения или вручную по формуле с использованием полученных ранее градуировочных коэффициентов:

$$Y_i = \frac{K_i \cdot S_i \cdot 100}{\sum K_i \cdot S_i} \cdot \frac{K_B}{100} \quad (8)$$

Y_i – массовая доля i -го компонента в анализируемой пробе, %;

K_i – градуировочный коэффициент i -го компонента;

S_i – площадь пика i -го компонента в анализируемой пробе, ед. счета;

$\sum K_i \cdot S_i$ – сумма площадей всех компонентов и неидентифицируемых примесей с учетом их градуировочных коэффициентов, ед. счета;

K_B – рассчитанное значение по формуле (7), %.

Для пиков диэтанолamina и метилдиэтанолamina, в случае выбора этих веществ в качестве основного при градуировке хроматографа, и неидентифицированных примесей применяют градуировочный коэффициент равный единице.

Лаборатория по контролю производства АО «Химсорбент»	Абсорбенты аминовые, содержащие диэтанолламин, метилдиэтанолламин, метилдиэтанолламин модифицированный специальный. Водные растворы метилдиэтанолламина, диэтанолламина, метилдиэтанолламина модифицированного специального. Методика выполнения измерений массовой доли компонентов методом капиллярной газовой хроматографии.	Номер: 04-М- 57- 2024	
		Страница:17	Из: 22

Массовая доля основного вещества диэтанолламина или метилдиэтанолламина вычисляется по формуле:

$$Y_{ДЭА(МДЭА)} = 100 - \sum Y_i - Z_v \quad (9)$$

$\sum Y_i$ – сумма массовых долей компонентов и примесей кроме основного вещества диэтанолламина или метилдиэтанолламина, %

Z_v - массовая доля воды в абсорбенте, %

12.2.3 За результат измерения массовой доли компонентов принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений. Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений не должно превышать значения предела повторяемости (сходимости) r , приведенного в таблице 4 настоящей методики.

Числовые значения результата измерения рассчитывают с точностью до второго десятичного знака.

12.3 Результат измерений массовых долей компонентов в протоколе представляют в виде:

$$Y \pm \Delta; \% (P = 0,95)$$

Δ - границы абсолютной погрешности результата измерения, рассчитываемые по формуле

$$\Delta = 0,01 \times \delta \times Y, \quad (10)$$

где δ - значение показателя точности по таблице 1, %.

Для диапазона измерений массовой доли от 0,1 до 10 % результат измерений округляют до 1-го знака после запятой.

Для диапазона измерений массовой доли св. 10 до 70 % результат измерений округляют до целого значения.

13 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ПОЛУЧАЕМЫХ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

13.1 Оперативный контроль точности результатов измерений проводят в соответствии с графиком, разработанным в лаборатории, но не реже одного раза в квартал, а также при возникновении необходимости подтверждения результатов измерений отдельных проб (при получении нестандартного результата измерений; результата, превышающего норматив и т.п).

В качестве образцов для контроля используют растворы, приготовленные аналогично градуировочным растворам по п.9.3.1.1-9.3.1.2 и п.9.3.2.1-9.3.2.2. Определяют массовую долю компонентов в приготовленных образцах с использованием рабочих градуировочных характеристик.

Оперативный контроль процедуры измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры K_k с нормативом контроля K .

Результат контрольной процедуры K_k рассчитывают по формуле (11):

$$K_k = |\bar{X} - C|, \quad (11)$$

Лаборатория по контролю производства АО «Химсорбент»	Абсорбенты аминовые, содержащие диэтаноламин, метилдиэтаноламин, метилдиэтаноламин модифицированный специальный. Водные растворы метилдиэтанолamina, диэтанолamina, метилдиэтанолamina модифицированного специального. Методика выполнения измерений массовой доли компонентов методом капиллярной газовой хроматографии.	Номер: 04-М- 57- 2024	
		Страница: 18	Из: 22

где \bar{X} – среднее арифметическое значение двух параллельных измерений массовой доли компонентов, удовлетворяющих условию повторяемости (п. 13.2), %;
 C – известная массовая доля компонентов в образце для контроля, мг/дм³.
 Норматив контроля K рассчитывают по формуле (12):

$$K = 0,01 \cdot C \cdot \Delta, \quad (12)$$

где Δ – показатель точности, установленный при реализации методики в таблице 1, % отн.

Результат контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия (13):

$$K_k \leq K \quad (13)$$

Если полученное расхождение превышает норматив контроля точности K , эксперимент повторяют. При повторном превышении норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

13.2 Контроль повторяемости (сходимости) осуществляется при выполнении каждого анализа: расхождение между результатами двух параллельных определений (формирующими результат измерения) не должно превышать величину предела повторяемости (сходимости) r (приведен в таблице 4)

$$\frac{|X_1 - X_2|}{X_1 + X_2} \cdot 200 \leq r \quad (14)$$

X_1, X_2 – результаты измерений, полученные в условиях повторяемости (параллельные определения).

13.3 Контроль внутрилабораторной прецизионности проводится не реже 1 раза в квартал с целью получения результатов анализа одного и того же показателя в одной и той же рабочей пробе в различных условиях: в разное время; разными исполнителями.

Результаты измерения массовых долей компонентов в одной пробе, полученные в условиях воспроизводимости в одной лаборатории, не должны отличаться между собой более, чем на величину предела внутрилабораторной прецизионности $\frac{R}{1,2}$.

$$\frac{|X_1 - X_2|}{X_1 + X_2} \cdot 200 \leq \frac{R}{1,2} \quad (14)$$

X_1 и X_2 – результаты анализа контрольного образца (рабочей пробы), полученные в условиях воспроизводимости в одной лаборатории, %;
 R – предел воспроизводимости (таблица 4).

13.3 Контроль воспроизводимости.

Лаборатория по контролю производства АО «Химсорбент»	Абсорбенты аминовые, содержащие диэтаноламин, метилдиэтаноламин, метилдиэтаноламин модифицированный специальный. Водные растворы метилдиэтанолamina, диэтанолamina, метилдиэтанолamina модифицированного специального. Методика выполнения измерений массовой доли компонентов методом капиллярной газовой хроматографии.	Номер: 04-М- 57- 2024	
		Страница:19	Из: 22

Воспроизводимость считают удовлетворительной, если абсолютное расхождение между результатами анализов не превышает предела воспроизводимости R :

$$\frac{|X_1 - X_2|}{X_1 + X_2} \cdot 200 \leq R \quad (15)$$

где

X_1 и X_2 – результаты анализа контрольного образца (рабочей пробы), полученные в разных лабораториях, %;

R – предел воспроизводимости (таблица 4).

При превышении предела воспроизводимости анализ повторяют. При повторном превышении указанного норматива анализ прекращают до выяснения причин, приводящих к неудовлетворительным результатам контроля и их устранения.

Контроль воспроизводимости осуществляется по мере необходимости.

Лаборатория по контролю производства АО «Химсорбент»	Абсорбенты аминовые, содержащие диэтаноламин, метилдиэтаноламин, метилдиэтаноламин модифицированный специальный. Водные растворы метилдиэтанолamina, диэтанолamina, метилдиэтанолamina модифицированного специального. Методика выполнения измерений массовой доли компонентов методом капиллярной газовой хроматографии.	Номер: 04-М- 57- 2024	
		Страница:20	Из: 22

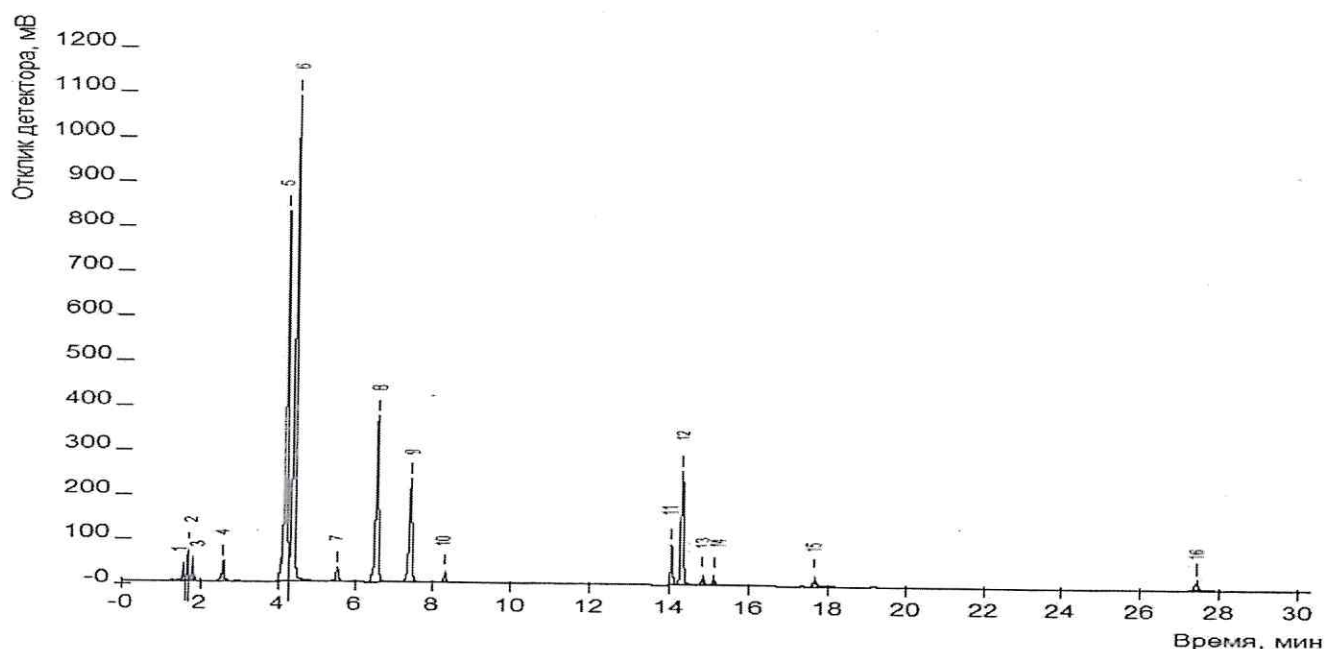
Таблица 4 - Пределы повторяемости и воспроизводимости результатов измерений при доверительной вероятности $P=0,95$ для метода абсолютной градуировки

Наименование определяемого компонента	Диапазон анализируемой массовой доли компонента, %	Предел повторяемости (для двух результатов единичных измерений) г, % отн.	Предел воспроизводимости (для двух результатов измерений) R, % отн.
1	2	3	4
Моноэтаноламин (МЭА)	От 0,1 до 10,0 вкл.	25	47
Моноэтиленгликоль (МЭГ)	От 0,1 до 10,0 вкл.	23	42
Метилмоноэтаноламин (ММЭА)	От 0,1 до 10,0 вкл.	24	40
Метоксидиэтиленгликоль (МДЭГ)	От 0,1 до 10,0 вкл.	28	41
Метилдиэтаноламин (МДЭА)	От 0,1 до 70,0 вкл.	27	50
Диэтаноламин (ДЭА)	От 0,1 до 70,0 вкл.	23	43
Гидроксиэтилметилпиперазин (ГЭМП)	От 0,1 до 10,0 вкл.	20	31
Гидроксиэтилпиперазин (ГЭП)	От 0,1 до 10,0 вкл.	22	35
Метокси-триэтиленгликоль (МТрЭГ)	От 0,1 до 10,0 вкл.	27	41
Триэтиленгликоль (ТЭГ)	От 0,1 до 10,0 вкл.	24	34
Бис-гидроксиэтилпиперазин (БГЭП)	От 0,1 до 10,0 вкл.	23	35
Метокситетраэтиленгликоль (МТеЭГ)	От 0,1 до 10,0 вкл.	28	45
N,N Бис-(2-гидроксиэтил)глицин (Бицин)	От 0,1 до 10,0 вкл.	29	68
Гидроксиэтил-оксазолон (ГЭОД)	От 0,1 до 10,0 вкл.	26	47
1-(2-Гидроксиэтил) 2-имидазолидинон (ГЭИ)	От 0,1 до 10,0 вкл.	26	49
Метоксипентаэтиленгликоль (МПЭГ)	От 0,1 до 10,0 вкл.	28	39
Пиперазин	От 0,1 до 10,0 вкл.	8,8	13

Лаборатория по контролю производства АО «Химсорбент»	Абсорбенты аминовые, содержащие диэтаноламин, метилдиэтаноламин, метилдиэтаноламин модифицированный специальный. Водные растворы метилдиэтанолamina, диэтанолamina, метилдиэтанолamina модифицированного специального. Методика выполнения измерений массовой доли компонентов методом капиллярной газовой хроматографии.	Номер: 04-М- 57- 2024	
		Страница:21	Из: 22

Приложение А

Рис.1 Пример хроматограмма смеси компонентов



- 1 – Моноэтаноламин (МЭА),
- 2 – Моноэтиленгликоль (МЭА)
- 3 – Метилмоноэтаноламин (ММЭА)
- 4 – Метоксидиэтиленгликоль (МДЭГ)
- 5 – Метилдиэтаноламин (МДЭА)
- 6 – Диэтаноламин (ДЭА)
- 7 – Гидроксиэтилметилпиперазин (ГЭМП)
- 8 – Гидроксиэтилпиперазин (ГЭП),
- 9 – Метокситриэтиленгликоль (МТрЭГ)
- 10 – Триэтиленгликоль (ТЭГ)
- 11 – Метокситетраэтиленгликоль (МТеЭГ)
- 12 – Бис-гидроксиэтилпиперазин (БГЭП)
- 13 – Гидроксиэтилоксазолон (ГЭОД)
- 14 – N,N Бис-(2-гидроксиэтил)глицин (Бицин)
- 15 – 1-(2-Гидроксиэтил) 2-имидазолидинон (ГЭИ)
- 16 – Метоксипентаэтиленгликоль (МПЭГ)

Лаборатория по контролю производства АО «Химсорбент»	Абсорбенты аминовые, содержащие диэтаноламин, метилдиэтаноламин, метилдиэтаноламин модифицированный специальный. Водные растворы метилдиэтанолamina, диэтанолamina, метилдиэтанолamina модифицированного специального. Методика выполнения измерений массовой доли компонентов методом капиллярной газовой хроматографии.	Номер: 04-М- 57- 2024	
		Страница:22	Из: 22

Приложение Б

Б.1 Массовую долю основного компонента (вещества) в индивидуальном химическом веществе (A_i) принимают за 100 % в случаях, если в результате входного контроля вещества в лаборатории массовая доля вещества составляет не менее 95 %, 98 % либо 99 % в соответствии с требованиями раздела 5.

Примечания: 1. Отклонение от 100 % учтено при расчёте показателей точности методики.
2. Входной контроль осуществляют в соответствии с п. Б.2.2.

Б.2 Расчёт массовой доли основного компонента в индивидуальном химическом веществе

Б.2.1 Массовую долю основного компонента в индивидуальном химическом веществе определяют и рассчитывают в случаях, если массовая доля основного вещества составляет менее 95 % в соответствии с требованиями раздела 5.

Б.2.2 Титратором измеряют массовую долю воды в индивидуальном химическом веществе ($w_{\text{воды}}$) в соответствии с ГОСТ 14870-77 (п.2). Далее проводят хроматографирование реактива на капиллярной колонке в рабочем режиме и в условиях настоящей методики и определяют примесный состав индивидуального химического вещества. Массовую долю неизвестных примесей ($w_{\text{примесей}}$) определяют методом внутренней нормализации по отношению суммы площадей хроматографических пиков примесей к сумме площадей всех пиков с учётом массовой доли воды. Рассчитывают массовую долю основного компонента (вещества) (w %) по формуле (Б.1):

$$A_i = 100 - w_{\text{примесей}} - w_{\text{воды}} \quad (\text{Б.1})$$

Примечания: 1. В индивидуальном химическом веществе должны отсутствовать примесные компоненты, измерения массовой доли которых проводят по настоящей методике.
2. При определении массовой доли неизвестных примесей методом внутренней нормализации коэффициенты чувствительности принимают равными единице.
3. Если в результате входного контроля обнаружено, что индивидуальное химическое вещество не соответствует требованиям раздела 5, то такое вещество не используют в методике.