



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
32531—
2013

БЕНЗИДИН

Измерение концентрации бензидина в воде с помощью жидкость-жидкостной экстракции или твердофазной экстракции и обращенофазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии/корпускулярно-лучевого интерфейса/масс-спектрометрии



Издание официальное

Зарегистрирован
№ 8657
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
Российские Федерации	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

**Межгосударственная система стандартизации
БЕНЗИДИН****измерение концентрации бензидина в воде с помощью жидкость-жидкостной экстракции или твердофазной экстракции и обращеннофазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии/корпускулярно-лучевого интерфейса/масс-спектрометрии**

Benzidine. Determination of concentration in water by liquid-liquid extraction or solid phase extraction and reverse phase high performance liquid chromatography/particle-beam interface/mass-spectrometry

Дата введения —

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает процедуру измерения массовой концентрации бензидина (4,4'-диаминодифенила) в пробах воды с пределом обнаружения в конечном экстракте 2,5 мкг/л (диапазон измеряемых концентраций 5–250 мкг/л) методом жидкость-жидкостной экстракции/высокоэффективной жидкостной хроматографии/масс-спектрометрии или с пределом обнаружения 5,3 мкг/л методом твердофазной экстракции/высокоэффективной жидкостной хроматографии/масс-спектрометрии. Такие результаты достигаются при объеме аликвоты образца 1 л и конечном объеме экстракта 0,5 мл, то есть при концентрировании образца в 2000 раз.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ 12.1.005–88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны
- ГОСТ 12.1.007–76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности
- ГОСТ 12.1.019–2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты
- ГОСТ 244–76 Натрия тиосульфат кристаллический. Технические условия
- 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 4233–77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия
- ГОСТ 4328–77 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия
- ГОСТ 5644–75 Сульфит натрия безводный. Технические условия
- ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 7995–80 Краны соединительные стеклянные. Технические условия
- ГОСТ 12026–76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия
- ГОСТ 23932–90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия
- ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
- ГОСТ 27068–86 Реактивы. Натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия
- ГОСТ 29169–91 (ИСО 648–77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
- ГОСТ 29227–91 (ИСО 835-1–81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные.
- Часть 1. Общие требования
- ГОСТ Р 51592–2000 Вода. Общие требования к отбору проб
- ГОСТ Р 53228–2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

Примечание – 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 $k = 2$)
 $U_{\text{отн}} = 15 \%$.

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

4 Описание метода

4.1 Из образца 1 л воды аналит экстрагируют дихлорметаном либо сорбируют на картриджи, заполненные сорбентом, или экстракционные диски. Затем дихлорметан упаривают, пробу перерастворяют в небольшом количестве метанола либо элюируют с сорбента метанолом с последующим упариванием до небольшого объема. Аликвоту полученного раствора анализируют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) на обращенно-фазовой колонке. Жидкостный хроматограф с помощью корпускулярно-лучевого (particle beam) интерфейса соединен с масс-спектрометром, с источником электронной ионизации, идентификация аналитов осуществляется масс-спектрометрическим методом.

4.2 Измерение массовой концентрации проводят методом внешнего стандарта: определяют площади пиков бензидина на калибровочных экспериментальных хроматограммах, расчет количества бензидина в пробе осуществляют исходя из площадей этих пиков и массы внешнего стандарта.

4.3 Для градуировки прибора и расчета калибровочной зависимости готовят серию из шести градуировочных растворов бензидина в воде, соответствующих требуемому диапазону концентраций, проводят экстракцию и анализ градуировочных растворов. Вычисляют фактор калибровки исходя из количеств бензидина и площадей соответствующих хроматографических пиков.

4.4 При определении бензидина в сложных матрицах, содержащих мешающие определению компоненты, калибровку проводят методом изотопного разбавления, используя добавку стандарта бензидина- d_8 к калибровочным растворам и анализируемым реальным пробам.

4.5 Метод селективен. Определению могут мешать вещества, коэлюирующиеся с бензидином, в этом случае необходимо подобрать хроматографические условия таким образом, чтобы разделить подобные компоненты.

4.6 Метод пригоден для определения и других азотсодержащих пестицидов, в том числе производных бензидина.

5 Средства измерений, реактивы и материалы

5.1 Средства измерений

Высокоэффективный жидкостный хроматограф, способный обеспечивать поток 0,2 — 0,4 мл/мин при градиентном элюировании от 100 % мобильной фазы А до 100 % мобильной фазы В, оборудованный емкостями для двух подвижных фаз. Очень желательно наличие автоинжектора, способного с высокой точностью вносить 1 – 10 мкл.

Хроматографическая колонка (например, Waters C-18 Novapak) из нержавеющей стали длиной 15 – 25 см, внутренним диаметром 2 мм, заполненная сорбентом (4 – 10 мкм), химически модифицированным октадецил(диметил)силильными (С-18) группами. Колонка должна быть кондиционирована перед началом анализов в течение ночи с помощью 0,05 мл/мин потока фазы 75 % — 100 % ацетонитрил:вода.

Предколонка с тем же наполнением, что и аналитическая колонка, желательна, но необязательна.

Корпускулярно-лучевой интерфейс должен обеспечивать снижение давления до значений, полностью совместимых с условиями электронной ионизации, обеспечивая при этом высокий уровень переноса аналита в источник ионизации. Все фоновые компоненты, имеющие наблюдаемые сигналы