



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
32534—
2013



ДИФЕНИЛОЛПРОПАН

Определение содержания в воздушной среде

Издание официальное

Зарегистрирован
№ 8660
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

ДИФЕНИЛОЛПРОПАН**Определение содержания в воздушной среде**

Diphenylol propane. Determination in air

Дата введения —

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает процедуру определения содержания дифенилолпропана (ДФП) в воздушной среде в диапазоне от 25 нг/м³ до 25 мкг/м³ методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с электрохимическим детектором.

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

ГОСТ 2222–95 Метанол технический. Технические условия

ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 10678–76 Кислота ортофосфорная термическая. 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

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 Для определения содержания ДФП воздух пропускают через стекловолоконный фильтр, с которого ДФП затем десорбируют метанолом и количественно анализируют методом ВЭЖХ с электрохимическим детектором.

4.2 Измерение массовой концентрации проводят методом внешнего стандарта: определяют площади пиков ДФП на калибровочных и экспериментальных хроматограммах. Расчет количества ДФП осуществляют исходя из площадей этих пиков и массы внешнего стандарта. Расчет проводят из предположения о количественном извлечении и постоянной степени извлечения ДФП из воздуха на фильтр, что было подтверждено предварительными исследованиями.

4.3 Для градуировки прибора и расчета калибровочной зависимости готовят серию из пяти градуировочных растворов ДФП в метаноле, соответствующих указанному диапазону концентраций, и анализируют их. Вычисляют фактор калибровки исходя из количеств ДФП и площадей соответствующих хроматографических пиков.

4.4 Метод высокочувствителен. Определению могут мешать иные электроактивные соединения в высоких концентрациях, например фенолы.

5 Средства измерений, реактивы и материалы

5.1 Средства измерений

Хроматограф жидкостный (например, Pye Unicam 100A с системой ввода пробы Rheodyne 7125 с 20-мкл петлей, градиентной системой Pye Unicam LC-XP и системой записи данных измерений) с электрохимическим детектором (например, электрохимический Metrohm 656 со стеклоуглеродным электродом и потенциостатом Metrohm 641, работающий при 1,2 В относительно Ag/AgCl).

Колонка хроматографическая длиной 150 мм и диаметром 4,6 мм (например, Spherisorb ODS-2, 150x4,6 мм, зернением 5 мкм, Phase Sep., UK).

Весы лабораторные высокого класса точности по ГОСТ Р 53228.

Шприцы аналитические для жидкостной хроматографии вместимостью 20 и 100 мкл.

Пипетки с одной отметкой (Мора) вместимостью 2 мл по ГОСТ 29169 с погрешностью $\pm 0,02$ мл.

Пипетки градуированные вместимостью 5 мл по ГОСТ 29227 с погрешностью $\pm 0,03$ мл.

Цилиндры мерные 2 – 10 и 2 – 500 по ГОСТ 1770 с погрешностью $\pm 0,1$, $\pm 5,0$ мл соответственно.

Колбы мерные вместимостью 50 и 500 мл по ГОСТ 1770 с погрешностью $\pm 0,12$ и $\pm 0,5$ мл соответственно, снабженные пробками.

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

5.2 Реактивы и материалы

ДФП, чистота не менее 98 % (например, фирмы Fluka, Buchs, Switzerland).

Вода дистиллированная, деионизованная по ГОСТ 6709.

Метанол по ГОСТ 2222.

Нитрат калия чистотой не менее 99 % (например, х.ч.).

Ортофосфорная кислота 85 % по ГОСТ 10678.

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

5.3 Вспомогательные устройства

Воздушный насос производительностью 2 – 3 л/мин (например, SKC Model 224-17).

Фильтры стекловолоконные диаметром 13 мм (например, Millipore, Type AE) и закрытый держатель для фильтра (например, Millipore), подсоединяемый к насосу.

pH-метр лабораторный электронный (например, HANNA Instruments pH-210), откалиброванный в соответствии с инструкцией по эксплуатации pH-метра.

Склянки из темного стекла с притертой пробкой вместимостью не менее 1 л.

Стеклоянная емкость (стаканчик) вместимостью не менее 2 мл и диаметром горлышка не менее 1 см, с возможностью плотного закрытия крышкой или металлической фольгой, для проведения экстракции ДФП с фильтра.

Пинцет из нержавеющей стали.

Ультразвуковая ванна (например, ГРАД 13-35), возможность нагрева не требуется.

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