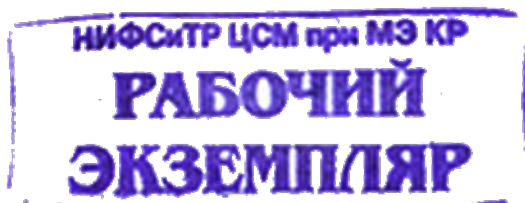




МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
32596—
2013



БЕНЗИДИН

Измерение концентрации бензидина в воде методом
газовой хроматографии – масс-спектрометрии

Издание официальное

Зарегистрирован
№ 9042
30 декабря 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)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии Российской Федерации

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации по переписке (протокол 63-П от 27 декабря 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
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

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

БЕНЗИДИН

Измерение концентрации бензидина в воде методом газовой хроматографии – масс-спектрометрии

p,p'-Benzidine. Determination in water

Дата введения —

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания бензидина (4,4'-диаминодифенила) в водной среде в диапазоне от 10,0 мкг/л до 10000 мкг/л методом газовой хроматографии – масс-спектрометрии (ГХ-МС). При массовой концентрации бензидина свыше 1000 мкг/л пробы предварительно разбавляют дистиллированной водой.

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 12.1.019–79 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты
- ГОСТ 1770–74 (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия
- ГОСТ 4166–76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия
- ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия
- ГОСТ 11078–78 Натр едкий очищенный. Технические условия
- ГОСТ 24104–2001 Весы лабораторные. Общие технические требования
- ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры
- ГОСТ 29169–91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

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, $U_{\text{отн}} = 15\%$ при коэффициенте охвата $k = 2$.

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

Измерение массовой концентрации бензидина проводится методом газовой хроматографии – масс-спектрометрии с использованием метода внутреннего стандарта.

Анализируемую пробу воды подщелачивают до pH=12, добавляют рассчитанное количество внутреннего стандарта – пердейтерофенантрена (дейтерофенантрена-d₁₂), и экстрагируют дихлорметаном. Экстракты высушивают, концентрируют и вводят в хроматограф, снабженный капиллярной колонкой. Индивидуальные соединения, разделенные на хроматографической колонке в режиме программирования температуры, детектируют масс-спектрометром, соединенным с хроматографом.

Идентификацию бензидина осуществляют при сравнении времен удерживания и масс-спектров электронной ионизации.

Измерение массовой концентрации проводят методом внутреннего стандарта: определяют площади пиков бензидина и внутреннего стандарта на масс-хроматограммах, зарегистрированных для характеристических ионов этих соединений. Расчет количества бензидина осуществляют, исходя из площадей этих пиков, массы внутреннего стандарта и факторов отклика бензидина по отношению к внутреннему стандарту.

Для градуировки прибора и расчета факторов отклика готовят серию градуировочных растворов бензидина в дистиллированной воде, соответствующих указанному диапазону концентраций и содержащих известное количество внутреннего стандарта. Вычисляют факторы отклика, исходя из количеств бензидина и внутреннего стандарта в растворах и площадей соответствующих хроматографических пиков.

5 Средства измерений, реактивы и материалы

5.1 Средства измерений

5.1.1 Хроматомасс-спектрометр состоит из:

- газового хроматографа;
- колонки хроматографической силиконовой капиллярной (длина 30 м, внутренний диаметр 0,25 мм, неподвижная жидкая фаза SPB-5 толщиной 0,25 мкм);
- системы обработки данных со справочной библиотекой масс-спектров.

Рабочие параметры хроматомасс-спектрометра (хроматографа с масс-селективным детектором) должны удовлетворять следующим требованиям:

- проведение измерений в диапазоне масс от 30 до 300 а.е.м. (Да) в режиме электронной ионизации при энергии электронов 70 эВ;
- масс-спектральном разрешении не ниже 0,5 а.е.м. (Да) по всей шкале масс и паспортной чувствительности прибора не ниже 10 пг (по октафторнафталину, электронная ионизация).

Допускается также применение других хроматографических колонок, позволяющих провести отделение определяемых соединений от других компонентов пробы, и аналогичных систем обработки данных.

5.1.2 Весы лабораторные электронные не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 24104*.

5.1.3 Шприцы аналитические вместимостью 1, 10 и 100 мкл.

5.1.4 Пипетки с одной отметкой (Мора) 2-1-1 по ГОСТ 29169 с погрешностью $\pm 0,015$ мл.

5.1.5 Цилиндры мерные 2-50 и 2-1000 по ГОСТ 1770 с погрешностью $\pm 0,5$, $\pm 10,0$ мл соответственно.

5.1.6 Колбы мерные: 2-25-2, 2-50-2 по ГОСТ 1770-74 с погрешностью $\pm 0,05$, $\pm 0,08$ соответственно.

5.1.7 Универсальная индикаторная бумага pH 0-12.

П р и м е ч а н и е – Допускается применение других типов средств измерений по 5.1.2 – 5.1.7, с метрологическими и техническими характеристиками не ниже указанных.

5.2 Реактивы и материалы

5.2.1 Бензидин, чистотой не менее 99 %.

5.2.2 Пердейтерофенантрен (дейтерофенантрен-d₁₂), чистотой не менее 99 %.

* На территории РФ действует ГОСТ Р 53228-2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания»