ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 55924 2013

МЕБЕЛЬ, ДРЕВЕСНЫЕ И ПОЛИМЕРНЫЕ МАТЕРИАЛЫ

Метод определения выделения формальдегида и других вредных летучих химических веществ в климатических камерах

(ISO 12460-1:2007, NEQ; EN 717-1:2004, NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Автономной некоммерческой организацией «Центр сертификации лесопродукции «Лессертика» при участии Общества с ограниченной ответственностью «КРОНОШПАН»

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по сертификации ТК 121 «Древесные плиты»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 декабря 2013 г. № 2351-ст

4 Настоящий стандарт соответствует европейским региональным стандартам: EN 717-1:2004 Wood-based panels — Determination of formaldehyde release — Part 1: Formaldehyde emission by the chamber method (Плиты древесные. Определение выделения формальдегида. Часть 1. Определение выделения формальдегида с использованием испытательной камеры) и международного стандарта ISO 12460-1:2007 Wood-based panels — Determination of formaldehyde release — Part 1: Formaldehyde emission by 1-cubic-metre chamber method (Плиты древесные. Определение выделения формальдегида. Часть 1. Определение эмиссии формальдегида методом однокубовой камеры)

Степень соответствия – неэквивалентная (NEQ)

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0-2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте национального органа Российской Федерации по стандартизации в сети Интернет (gost.ru).

© Стандартинформ, 2013

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения .....

2 Термины и определения .....

3 Сущность метода .....

4 Отбор и подготовка образцов для испытаний .....

5 Аппаратура и реактивы .....

6 Подготовка испытательной камеры и начало испытаний .....

7 Проведение испытания, отсчет продолжительности .....

8 Обработка результатов .....

9 Оформление результатов испытаний.....

Приложение А (обязательное) требования к конструкции и материалам испытательной камеры и устройства для отбора проб воздуха.....

Приложение Б (рекомендуемое) методика построения калибровочного графика при определении выделения формальдегида .....

Приложение В (рекомендуемое) методика построения калибровочного графика при определении выделения фенола .....

Приложение Г (рекомендуемое) методика построения калибровочного графика при определении выделения аммиака.....

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МЕБЕЛЬ, ДРЕВЕСНЫЕ И ПОЛИМЕРНЫЕ МАТЕРИАЛЫ

Метод определения выделения формальдегида и других вредных летучих химических веществ в климатических камерах

Furniture, timber and polymers. The method for determination of formaldehyde and other volatile chemicals in the air of climatic chambers

Дата введения – 2015 – 07 – 01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения выделения веществ — формальдегида, фенола, аммиака и других вредных химических веществ в испытательных камерах с рабочим объёмом от 0,125 м^3 до 50,0 м^3 из изделий и деталей мебели, древесных композиционных и полимерсодержащих материалов.

Допускается одновременное определение выделения одного или нескольких веществ.

Метод рекомендован для целей обязательного подтверждения соответствия (сертификация, декларирование соответствия) продукции и при постановке продукции на производство.

2 Термины и определения

2.1 **испытательная камера** — устройство для определения концентрации формальдегида, фенола, аммиака и других летучих химических (органических) веществ в условиях испытания, моделирующих условия эксплуатации испытуемого материала или изделия;

Издание официальное

2.2 **рабочий объем камеры** — 1. центральная часть устройства, непосредственно содержащая испытуемый образец; 2. общий объем воздуха не загруженной камеры, включая области циркуляционной вентиляции ($м^3$);

2.3 **условия испытания** — обязательно поддерживаемые и контролируемые параметры, при которых проводят испытания:

- температура воздуха в рабочем объеме испытательной камеры;
- относительная влажность воздуха в рабочем объеме;
- насыщенность рабочего объема испытуемым изделием, деталям или материалом;
- скорость воздухообмена и скорость движения воздуха внутри рабочего объема.

2.4 **насыщенность** — отношение суммарной площади поверхности образца(ов) изделия (деталей) мебели или материала, выделяющего формальдегид, фенол, аммиак и другие летучие органические вещества, к рабочему объему камеры, в котором он расположен ($м^2/м^3$).

Примечание — площадь рельефной поверхности рассчитывают без учета рельефа.

2.5 **скорость воздухообмена** — отношение объёма воздуха к рабочему объёму камеры, через который он проходит за один час (1/ч);

2.6 **скорость воздуха** — скорость движения воздуха над внешней поверхностью образца в испытательной камере (м/с);

2.7 **стационарная концентрация** — постоянная концентрация определяемого вещества в воздухе камеры при условно постоянном выделении вещества из испытуемого образца ($мг/м^3$);

Примечание — на практике истинная стационарная концентрация не может быть достигнута, поскольку вещества выделяются необратимо, а в настоящем стандарте используют понятие стационарной концентрации только для целей проведения испытаний;

2.8 **величина выделения** — стационарная концентрация определяемого вещества в камере или ее временная величина, полученная при постоянной

температуре, относительной влажности воздуха, величине насыщенности и скорости воздухообмена после определённого периода проведения испытаний (мг/м^3).

3 Сущность метода

3.1 Метод испытания заключается в определении выделения формальдегида, фенола, аммиака и других летучих органических веществ как стационарной концентрации определяемого вещества в воздухе испытательной камеры, в которой расположен образец(ы) изделия (деталей) мебели или материала при условиях, моделирующих условия эксплуатации.

3.2 Если условия эксплуатации не известны, то испытания проводят при заданных следующих показателях (параметрах), характерных для наиболее типичных (средних) условий эксплуатации:

- температура воздуха — (23,0 ± 0,5) °С;
- относительная влажность воздуха — (50 ± 3) %;
- скорость воздухообмена — (1,00 ± 0,05) 1/ч;
- насыщенность:
  - корпусная мебель, столы, кровати — (1,00 ± 0,05) м^2/м^3,
  - мебель для сидения и лежания — (0,3 ± 0,015) м^2/м^3;
  - напольные покрытия и стеновые панели — (0,4 ± 0,02) м^2/м^3;
- скорость воздуха — не менее 0,1 м/с.

Фактические значения указанных показателей (параметров) испытаний должны быть указаны в протоколе испытаний.

3.3 Определение концентрации формальдегида, фенола и аммиака проводят методом периодического активного отбора проб (прокачки) воздуха из рабочего объёма испытательной камеры в поглотительные приборы, содержащие поглотительный раствор, с последующей обработкой и определением его оптической плотности при соответствующей длине волны в стеклянных кюветах. Содержание формальдегида в поглотительном растворе определяют спектрометрически по методу с ацетилацетоном, фенола — по методу с *п*-нитроанилином, а аммиака — по методу с реактивом Несслера.

Верхний предел определения:

- формальдегида – 3,0 мг/м^3;
- фенола – 4,0 мг/м^3;
- аммиака — 6,0 мг/м^3.

Нижний предел определения:

- формальдегида – 0,003 мг/м^3;
- фенола – 0,003 мг/м^3;
- аммиака — 0,04 мг/м^3.

Примечания:

1. Использование других аналитических методов допускается только при статистически определенной несущественности расхождения между рядами парных наблюдений при выбранном уровне значимости $\alpha = 0,05$.

2. При выделении формальдегида более 0,2 мг/м^3 определение выделения аммиака не проводят.

3.4 Определение выделения других летучих органических веществ проводят по методикам, предназначенным для проведения испытаний по настоящему стандарту.

4 Отбор и подготовка образцов для испытаний

4.1 Отбор и подготовка образцов изделий мебели

4.1.1 Отбор образцов изделий мебели проводят не ранее, чем через 7 дней после их изготовления.

При отборе образцов требуемую общую площадь выделяющей поверхности по 2.4 (включая задние стенки, полки, дно ящиков и другие невидимые поверхности) изделия мебели (м^2) рассчитывают как произведение величин рабочего объёма испытательной камеры (м^3) и насыщенности (м^2/м^3). Допускается для получения необходимой насыщенности дополнение изделий деталями этого изделия. Дополнение производят деталями на основе древесных материалов, преобладающих в изделии, и такое дополнение должно быть минимальным.

4.1.2 Образцы изделий хранят и транспортируют в заводской упаковке. Повреждение упаковки во время транспортировки и хранения не допускается. Образцы, поступающие на испытания, должны не иметь дефектов или повреждений поверхности. Изделия (наборы) мебели должны быть полностью укомплектованы и собраны.

4.1.3 Образцы сопровождают актом отбора с указанием следующих сведений:

- наименование изготовителя образца изделия мебели, заказчика испытаний;
- наименование и обозначение изделия(ий) мебели по функциональному и эксплуатационному назначению;
- наименование и обозначение нормативно-технической документации (НТД) на изделие или деталь;
- условия эксплуатации изделия по назначению;
- место, условия и продолжительность эксплуатации изделия, если оно эксплуатировалось;
- дату изготовления образцов и дату и условия отбора проб;
- размеры (габариты) и количество образцов;
- другие характеристики (применяемые материалы, и пр.).

4.1.4 При подготовке к испытаниям образцов изделий (деталей) мебели их распаковывают, при необходимости собирают (монтируют) согласно прилагаемой к ним инструкции, а поверхности тщательно очищают.

Примечание — кромки и технологические отверстия деталей не герметизируют, а имеющуюся фурнитуру, накладки, заглушки и пр. сохраняют.

4.1.5 Образцы изделий (деталей) должны быть выдержаны перед испытанием в помещении с температурой и относительной влажностью воздуха, соответствующими принятым при испытании в камере не менее трех суток. Концентрация определяемого вещества в воздухе помещения должна быть не выше установленного значения ПДКмр.

4.2 Отбор и подготовка образцов материалов

4.2.1 Отбор образцов материала, проводят не ранее, чем через 3-е суток после его изготовления.

При отборе образцов требуемую общую площадь открытой выделяющей поверхности пластей всех образцов рассчитывают как произведение величин рабочего объема испытательной камеры ($м^3$) и насыщенности ($м^2/м^3$).

4.2.2 Образцы жидких и термопластичных полимерных материалов (клей, связующее) смешивают с отвердителем и прочими компонентами по рекомендуемой рецептуре, наносят на металлические (сталь, алюминий) пластины и отверждают по рекомендованным режимам. Размеры пластин должны соответствовать насыщенности $(1,00 \pm 0,05)$ $м^2/м^3$. День нанесения материала на пластины считается днем его изготовления.

4.2.3 Пленки на основе термореактивных полимеров, бумажно-слоистые пластики и прочие облицовочные материалы должны поставляться на испытания после термообработки, предусмотренной режимами их переработки.

4.2.4 Из указанной на рисунке 1 зоны плитного или листового материала вырезают не менее двух образцов с размерами, соответствующими рабочему объёму камеры и выбранному значению насыщенности при соотношении длины к ширине не более 2:1. Образцы напольных покрытий и стеновых панелей, а так же кромочного материала и прочих ленточных и погонажных материалов отбирают из середины пачки (рулона) с длиной, соответствующей рабочему объёму камеры и выбранному значению насыщенности. Образцы материала, поступающие на испытания, должны не иметь дефектов или повреждений поверхности.

Образцы материала из изделий, находящихся в эксплуатации, вырезают из любой доступной зоны, местоположение которой и другие условия отбора проб детально описывают в акте отбора образцов.

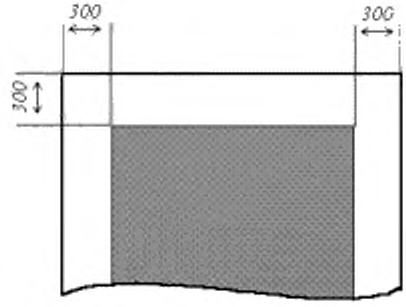


Рисунок 1 – Зона для отбора образцов плитного или листового материала. Размеры указаны в мм

4.2.5 Образцы сопровождают актом отбора с указанием следующих сведений:

- наименование изготовителя образца материала и заказчика испытаний;
- наименование материала по НТД;
- наименование и обозначение НТД на материал;
- условия эксплуатации материала по назначению;
- место, условия и продолжительность эксплуатации материала, если он эксплуатировался;
- дату изготовления образцов и дату и условия отбора проб;
- размеры (габариты) и количество образцов.

  Примечание — в акте отбора проб жидких полимерных материалов указывают дату изготовления смолы (олигомера).

4.2.6 Если отобранные образцы материала немедленно не поступают на кондиционирование, то их герметично упаковывают в контейнер или плёнку из полимерного газонепроницаемого материала (ПЭ, ПВХ и пр.) для хранения и транспортировки.

4.2.7 Перед испытаниями поверхности образцов материалов тщательно очищают и проводят кондиционирование в течение (7 – 15) дней при комнатных (лабораторных) условиях. Концентрация определяемого вещества в воздухе помещения должна быть не выше установленного значения ПДКмр.

Для свободной циркуляции воздуха образцы должны быть отделены друг от друга на расстояние не менее 25 мм.

Примечание — изменение условий кондиционирования могут приводить к увеличению продолжительности и искажению результатов испытаний.

5.2.8 До проведения испытаний кромки образцов материалов частично герметизируют, заклеивая их металлической фольгой с силикатным или полиуретановым клеем (самоклеящаяся лента). При этом отношение длины открытых (не герметизированных) кромок к площади поверхности пластей должно составлять $(1,5 \pm 0,075)$ м/м^2.

Пример расчета длины открытых кромок. /Испытаниям подлежат 2 образца древесного материала с размерами 500 мм × 500 мм. Площадь поверхности пластей в этом случае составляет $0,5 \times 0,5 \times 4 = 1$ м^2. Длина открытых кромок составит $1 \text{м}^2 \times (1,5 \pm 0,075)$ м/м^2 $= (1,5 \pm 0,075)$ м.

Кромки образцов материалов толщиной не более 1 мм допускается не герметизировать.

Допускается полная герметизация кромок или ее отсутствие по согласованию с заказчиком испытаний. Заготовки (детали) для изготовления мебели испытывают с полностью герметизированными кромками.

Полная герметизация кромок, отсутствие герметизации или отношение длины открытых кромок к площади пластей образцов (м/м^2) должно быть указано в протоколе испытаний.

4.2.9 Оборотные (не лицевые) поверхности образцов напольных покрытий и стеновых панелей герметизируют:

- соединяют образцы друг с другом этими поверхностями и герметизируют кромки или
- полностью герметизируют оборотные поверхности и кромки металлической фольгой.

5 Аппаратура и реактивы

5.1 Испытательная камера и устройство отбора проб воздуха

Требования к конструкции и материалам испытательной камеры и устройства для отбора проб воздуха приведены в приложении А. Испытательная камера должна иметь руководство по эксплуатации и другую необходимую техническую документацию.

5.2 Спектрофотометр

Спектрофотометр (спектрометр, фотоэлектроколориметр) с соответствующими ему стеклянными кюветами с шириной рабочего слоя 50 мм должен обеспечивать измерение оптической плотности при длине волны 412 нм, 450 нм и 494 нм. Цена деления шкалы измерения оптической плотности должна быть не более 0,001.

5.3 Поглотительные приборы

Поглотительные приборы Рихтера, поглотительные приборы с пористым элементом или иной конструкции. Конструкция приборов и объем жидкости в них должны обеспечивать прохождение потока воздуха с выбранной скоростью отбора пробы воздуха в диапазоне от 0,5 $дм^3$/мин до 3 $дм^3$/мин без заметных пропусков вещества. Общее количество жидкости в двух поглотительных приборах должно быть не более 20 $см^3$ (по 7.1 и 7.4).

5.4 Аппаратура общего назначения

- Универсальные инструменты для измерения длины с погрешностью измерения линейных размеров не более 1 мм.
- Водяной термостат (баня), обеспечивающий температуру (60 — 65) °С.
- Весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,001 г.
- Часы лабораторные.
- Измеритель атмосферного давления.
- Аппарат для перегонки дистиллированной воды.
- Колбы мерные вместимостью 100 и 25 $см^3$.
- Пипетки вместимостью 1 и 5 $см^3$ с ценой деления 0,1 $см^3$.
- Пробирка с пришлифованной пробкой объемом (20 — 25) $см^3$.

- Средства измерений, вспомогательные средства, материалы, реактивы и лабораторная посуда общелабораторного назначения.

5.5 Реактивы

- Раствор ацетилацетона (2,4-пентандион, $C_5H_8O_2$) ч.д.а., 4 $см^3$ в 1 $дм^3$ раствора.
- Раствор уксуснокислого аммония ($C_2H_3O_2NH_4$), ч., 200 г в 1 $дм^3$ раствора.
- Раствор натрия углекислого (Na_2CO_3), х.ч., 8 г/$дм^3$ (поглотительный раствор для определения выделения фенола).
- Раствор нитрита натрия ($NaNO_2$), ч., 25 % ;
- Раствор кислоты ортофосфорной (H_3PO_4) или соляной (HCl), ч., 4 %.
- Раствор *п*-нитроанилина ($NO_2C_6H_4NH_2$), ч.д.а., 0,1 %. Раствор готовят, растворяя навеску 0,1 г высушенного при 60 °С в течении 2 ч вещества в 4 %-м растворе кислоты ортофосфорной или соляной в мерной колбе на 100 $см^3$.при нагревании на водяной бане. Раствор дополняют до метки раствором кислоты после охлаждения до комнатной температуры.
- Раствор реактива Несслера.
- Раствор кислоты серной, 50% по объему.
- Калий марганцовокислый, х.ч.
- Вода бидистиллированная или кипяченая не менее 30 мин дистиллированная вода.
- Безаммиачная вода, которую готовят путем повторной перегонки дистиллированной воды, с добавлением в нее калия марганцовокислого до малинового окрашивания и 0,5 $см^3$ раствора серной кислоты на 1 $дм^3$ дистиллированной воды. Допускается для приготовления безаммиачной воды использовать катиониты марок КУ-2 или СБС. Безаммиачную воду и приготовленный на ее основе поглотительный раствор проверяют на наличие аммиака по реакции с реактивом Несслера.

Срок хранения растворов в герметичной посуде и в холодильнике – не более 6 мес. Срок хранения используемой порции безаммиачной, бидистиллированной или кипяченой дистиллированной воды — не более 7-ми суток.

5.6 Растворы, которые готовят непосредственно перед употреблением.

- Поглотительный раствор для определения выделения формальдегида готовят смешением растворов ацетилацетона, ацетата аммония и дополнительной порции воды в соотношении 1:1:3 объемных частей соответственно.
- Раствор диазотированного *п*-нитроанилина готовят, охлаждая льдом 5 $см^3$ раствора *п*-нитроанилина в пробирке и постепенно добавляя к нему 1 $см^3$ раствора нитрита натрия. Через несколько минут доводят объем до 20 $см^3$ водой. Срок хранения раствора в герметичной посуде в холодильнике – не более 3-х суток.
- Раствор кислоты соляной (HCl), ч., 0,01 М на безаммиачной воде (поглотительный раствор для определения выделения аммиака). Срок хранения раствора в герметичной посуде в холодильнике – не более 3-х суток.

5.7 В приложениях Б, В и Г приведены рекомендуемые способы построения калибровочных графиков (вычисления калибровочных коэффициентов) с использованием указанных растворов.

6 Подготовка испытательной камеры и начало испытаний

6.1 Включение, работу, обслуживание и выключение камеры производят согласно руководству по эксплуатации камеры.

6.2 Перед началом испытаний тщательно очищают внутреннюю поверхность рабочего объема камеры и определяют фоновую концентрацию определяемого вещества в воздухе в ней. Эта величина не должна превышать нижний предел определения (по 4.3) более чем в два раза. Значение фоновой концентрации входящего в камеру воздуха вычитается из величины измеренной концентрации вещества в воздухе камеры.

При определении значения фоновой концентрации отбор проб воздуха и их последующая обработка, а так же обработка результатов производятся аналогично процедурам, описанным ниже в разделах 7 и 9, с соблюдением следующих условий:

- в камере отсутствуют образцы;
- объем пробы воздуха должен составлять не менее 0,1 $м^3$;
- первый отбор пробы воздуха производят не ранее, чем через один час после того, как в камере установятся значения температуры и влажности воздуха, заданные условиями испытаний.

Допускается при определении фоновой концентрации не определять ее стационарное значение, а количество измерений снизить до одного. Определение фоновой концентрации в воздухе в камере, находящейся в эксплуатации, проводят периодически не более чем после 5-ти последовательных циклов проведения испытаний, но не реже одного раза в месяц.

6.3 Включают камеру согласно руководству по эксплуатации и выставляют требуемые значения температуры и влажности. Дверь рабочего объема, плотно закрывают так, чтобы в течение всего времени проведения испытаний в нём поддерживалось избыточное давление не менее 0,2 кПа.

6.4 При испытании изделий мебели подготовленные образцы (по 5.1) располагают в рабочем объеме камеры на расстоянии не менее 100 мм от стенок и друг от друга.

В образцах изделий мебели в собранном виде дверки шкафов должны быть открыты на угол не менее чем 30 °, а ящики выдвинуты не менее чем на треть длины. Шкафы, ящики и другие изделия должны быть открыты навстречу потоку воздуха (Приложение А). Съемные мягкие элементы (матрацы, подушки и пр.) должны быть сдвинуты не менее чем на треть длины или ширины.

6.5 При испытании материалов подготовленные образцы (по 4.2) располагают в рабочем объеме камеры на расстоянии не менее 100 мм от стенок и друг от друга. Пласти образцов материалов должны быть параллельны движению потоков воздуха, циркулирующего во внутреннем рабочем объеме.

6.6 Наблюдают за изменением температуры, влажности, расхода и избыточного давления воздуха в рабочем объеме камеры. После того, как эти параметры стабильно примут заданные значения, начинают отсчет продолжитель-

ности испытания. Наблюдения продолжают в течение всего времени проведения испытаний и при необходимости проводят корректировку.

7 Проведение испытания, отсчет продолжительности

7.1 В первые 24 часа после начала испытания (по 6.6) отборы проб воздуха из камеры не производят. Затем заполняют два поглотительных прибора, добавляя в каждый из них не более 10 $см^3$ поглотительного раствора, соответствующего определяемому веществу. Одновременно с заполнением поглотителей отбирают пробу поглотительного раствора (холостая проба). Пробу хранят во время проведения испытаний рядом с испытательной камерой, а затем обрабатывают одновременно и аналогично растворам из поглотительных приборов.

7.2 Поглотительные приборы после заполнения соединяются попарно последовательно один за другим (вход-к-выходу) при помощи силиконовых трубок. В таком виде парой их подсоединяют к устройству отбора проб воздуха из камеры и включают устройство.

7.3 Продолжительность отбора проб и, соответственно, объем прошедшего воздуха выбирают в зависимости от ожидаемого уровня концентрации вещества в воздухе камеры так, чтобы оптическая плотность полученных в результате проб (по 7.5 — 7.7) не выходила за пределы, в которых построен калибровочный график. Автоматически или вручную во время отбора пробы воздуха фиксируют температуру устройства отбора проб воздуха и атмосферное давление.

7.4 После завершения прохождения воздуха через пару поглотительных приборов их отсоединяют от устройства отбора проб воздуха. Затем содержимое каждой пары поглотительных приборов помещают в мерные колбы объемом 25 $см^3$ и промывают их поглотительным раствором в количестве (3 — 5) $см^3$, а промывной раствор также помещают в колбы.

Примечание — следует внимательно следить за тем, чтобы общий объем содержимого каждой пары поглотительных приборов, их промывочной жидкости и добавляемых реактивов (по 7.6 — 7.7) не превышал 25 $см^3$.

7.5 Если определяют выделение формальдегида, то объем жидкости в колбах дополняют поглотительным раствором до 25 $см^3$ (до метки), содержимое колб перемешивают, а затем колбы, включая холостую пробу, выдерживают в термостате при (60 — 65) °С в течение 10 мин. После этого охлаждают колбы до комнатной температуры в течение одного часа в защищенном от света месте. Ускоренное охлаждение колб не допускается.

7.6 Если определяют выделение фенола, то в каждую колбу, включая холостую пробу, добавляют по 2 $см^3$ раствора диазотированного *n*-нитроанилина и энергично встряхивают. Затем объем раствора в колбе доводят до метки поглотительным раствором, содержимое колб перемешивают и выдерживают в течение 20 мин. Продолжительность выдержки для всех проб должна быть одинаковой.

7.7 Если определяют выделение аммиака, то в каждую колбу, включая холостую пробу, добавляют по 2 $см^3$ прозрачной части раствора реактива Несслера и энергично встряхивают. Затем объем раствора в колбе доводят до метки поглотительным раствором, содержимое колб перемешивают и выдерживают в течение 10 мин.

7.8 Определяют оптическую плотность растворов с помощью спектрофотометра по инструкции к нему. Измерение оптической плотности проводят в кюветах с шириной рабочего слоя 50 мм относительно раствора сравнения, в качестве которого используют холостую пробу (по 7.1):

- при длине волны 412 нм, если определяют выделение формальдегида;
- при длине волны 494 нм, если определяют выделение фенола;
- при длине волны 450 нм, если определяют выделение аммиака.

7.9 Отборы проб воздуха и определение концентрации веществ в воздухе камеры в первые три дня проводят дважды в сутки с перерывом между ними не менее трех часов. Если в первые три дня стационарная концентрация (по 8.3) не была достигнута, количество ежесуточных замеров сокращают до одного. Допускается делать перерывы в отборах проб воздуха на выходные и празд-

ничные дни. Испытания прекращают, как только будет получена стационарная концентрация, но не позднее 28-ми дней с момента начала испытаний (по 6.6).

8 Обработка результатов

8.1 Массу вещества в каждой из колб (по 7.5 — 7.7) определяют, исходя из оптической плотности растворов в них, графически по калибровочному графику или при помощи калибровочных коэффициентов.

8.2 Расчет концентрации определяемого вещества в каждой пробе воздуха из камеры проводят по формуле:

$$B = m/V_a \ , \qquad (1)$$

где B — концентрация вещества в воздухе камеры, мг/м^3;

m — масса вещества в пробе по п. 9.1, мкг;

V_a — объем пробы воздуха, приведённый (автоматически или вручную) к условиям температуры 0 °С и атмосферного давления 101,3 кПа, дм^3.

Примечание — указанные параметры отличаются от используемых в зарубежных стандартах параметров нормальных условий: температура 23 °С и атмосферное давление 101,3 кПа.

8.3 Вычисление стационарной концентрации вещества B_{st} проводят, исходя из результатов последних четырех измерений, и определяют ее как среднюю арифметическую величину последних четырех значений концентрации вещества, если выполнено хотя бы одно из двух условий:

- ни одно единичное значение концентрации не отклоняется от среднеарифметического значения более чем на 5 %;
- ни одно единичное значение концентрации не отклоняется от среднеарифметического значения более чем на 0,003 мг/м^3 при определении выделения формальдегида и фенола и 0,04 мг/м^3 при определении выделения аммиака.

Если в течение 28-ми дней испытания стационарная концентрация вещества не будет получена, то вычисляют среднеарифметическое последних четы-

рех результатов определения концентрации в качестве временной величины, что должно быть указано в протоколе испытаний.

8.4 В качестве значения выделения определяемого вещества из испытуемого образца(ов) принимают значение стационарной концентрации B_{st} или ее временной величины.

9 Оформление результатов испытаний

9.1 Результаты измерений фиксируют в журнале или на бланке, на бумажном носителе или в электронном виде. Записи должны содержать следующие сведения:

- наименование определяемого вещества;
- тип камеры, ее рабочий объем;
- заданные и фактические параметры проведения испытаний: температура, влажность воздуха, насыщенность и скорость воздухообмена;
- наименование изготовителя образцов, заказчика испытаний;
- наименование и обозначение изделия(ий) мебели по функциональному и эксплуатационному назначению или наименование материала по НТД;
- наименование и обозначение НТД;
- место и продолжительность эксплуатации образца(ов) при необходимости;
- дату изготовления образца(ов);
- дату и условия отбора проб;
- размеры (габариты) и количество образцов;
- условия хранения (кондиционирования) до начала испытаний;
- дату и время начала и окончания испытания;
- тип, номер и т.д. спектрофотометра или другого аналитического прибора и калибровочные коэффициенты (если используются);
- значение фоновой концентрации определяемого вещества, мг/м^3.
- продолжительность от начала испытаний и условия отбора проб воздуха (температура, объем, атмосферное давление и пр.);

- результаты измерений (показания прибора);
- номер протокола испытания и код образцов (номер партии и пр.).

9.2 Протокол испытаний должен содержать те же сведения, за исключением размеров (габаритов) и количества образцов, калибровочных коэффициентов, показаний прибора и условий отбора проб воздуха, которые заменяют результатами расчетов насыщенности и стационарной концентрации или ее временной величины с обязательным указанием общей продолжительности испытания до достижения стационарной концентрации или невозможности ее достижения. Также включают дополнительно наименование и адрес организации, проводившей испытания, утверждающие подписи, подписи исполнителей и ссылку на настоящий стандарт. При ведении лабораторного журнала допускается одновременное внесение результатов измерений и расчётов в одной записи.

При нарушении упаковки при доставке образцов и/или при наличии дефектов или повреждений этот факт отражается в примечаниях, поскольку они могут значительно исказить результаты испытаний.

Допускается более краткая или расширенная форма протокола испытаний и приложение копии акта отбора образцов по согласованию с заинтересованной стороной (заказчиком).

9.3 Для образцов материалов дополнительно в записях указывают вид герметизации кромок: полная, частичная или отсутствует. При частичной герметизации указывают отношение длины открытых кромок к площади пластей образцов, м/м^2.

Приложение А
(обязательное)
Требования к конструкции и материалам испытательной камеры и устройства для отбора проб воздуха

А.1 Для создания необходимых условий испытания используют подготовленный входящий воздух.

А.2 Устройства подготовки воздуха и рабочий объем камеры должны действовать в условиях, когда исключена конденсация воды на поверхностях, то есть температура циркулирующего воздуха в любой точке камеры должна быть выше точки образования росы.

А.3 В испытательных камерах объемом от 0,120 $м^3$ до 1 $м^3$ для поддержания необходимой температуры воздуха в пределах рабочего объема его размещают в большем отделении с управляемой температурой, т. е. в термостате. Рабочий объем камеры вследствие этого не должен иметь теплоизоляции.

Камеры с рабочим объёмом более 1,0 $м^3$ должны иметь теплоизолированные поверхности и располагаться внутри отапливаемого помещения, при необходимости, оснащенного кондиционером. Не допускается располагать в рабочем объеме камеры нагревающие и/или охлаждающие устройства.

А.4 Поток входящего воздуха создают воздушным компрессором или системой подготовки сжатого воздуха с применением измерителей потока. Эффективность воздухообмена периодически проверяют.

А.5 Рабочий объем испытательной камеры, изготавливают из металлического или стеклянного листового материала. Материалы, которые используются для внутренних стен и каналов испытательной камеры должны иметь ровную поверхность, которая до проведения испытания может быть эффективно очищена водой. Поверхность должна быть инертной и по возможности не поглощать формальдегид и другие определяемые вещества. Приемлемыми материалами являются нержавеющая сталь или алюминий (подвергнутый пескоструйной обработке или отшлифованный), стекло.

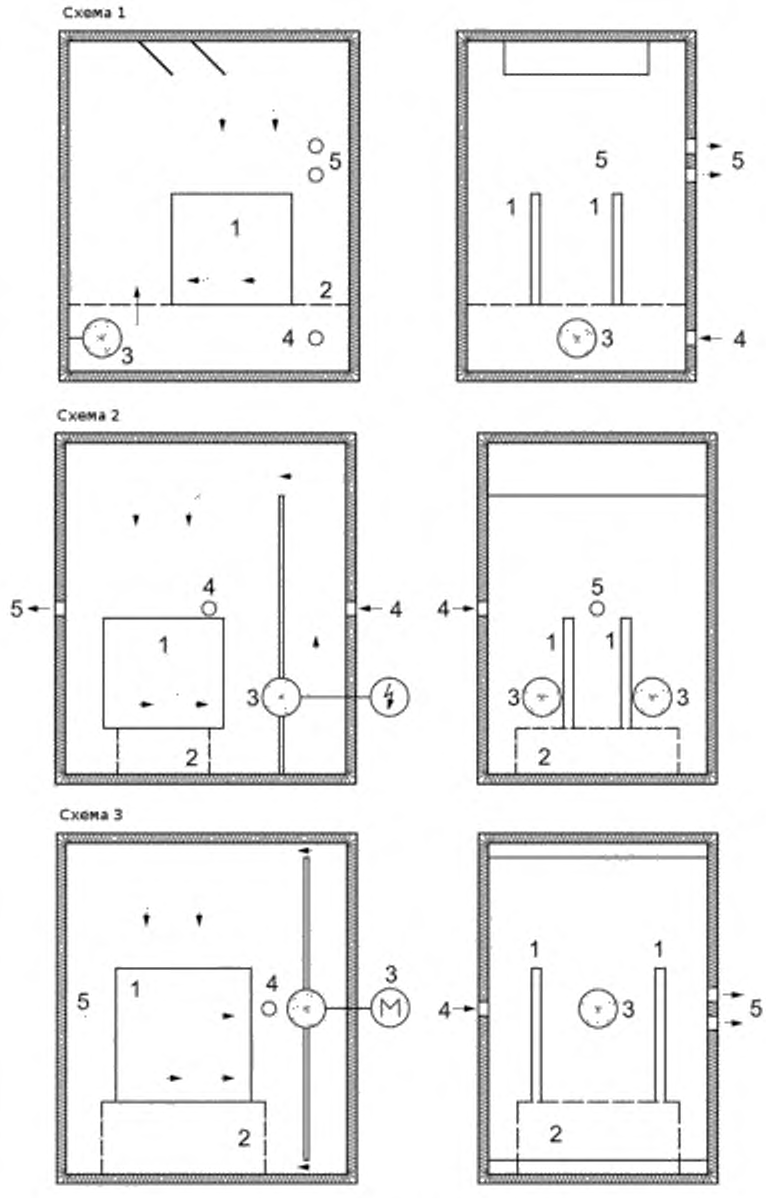
А.6 Испытательная камера должна быть герметичной во избежание неконтролируемого воздухообмена. Испытательная камера должна содержать средства (например, систему вентиляторов), способные поддерживать интенсивное перемешивание воздуха в камере. Должны быть приняты меры, обеспечивающие чистоту входящего воздуха и эффективность системы воздушной циркуляции, чтобы гарантировать достаточное смешивание и невозможность проникновения наружного воздуха через выход, включая периоды отбора проб воздуха. Рекомендуемые схемы расположения образцов и вентиляторов в камере для обеспечения эффективного перемешивания воздуха показаны на рисунках А.1 и А.2.

А.7 Отбор проб воздуха из рабочего объема не более 1,0 $м^3$ производят из (1 — 2) точек, а из рабочего объема более 1,0 $м^3$ — не менее, чем из 4-х точек, расположенных на 2-х уровнях как показано на рисунке А.2. Длина воздуховодов до всех точек отбора проб воздуха должна быть одинаковой. Отбор проб воздуха может быть осуществлён любым пригодным устройством (аспиратором), обеспечивающим необходимые параметры отбора. Устройство может быть встроенным в конструкцию камеры или внешним (автономным) по отношению к ней. В этом случае оно должно иметь отдельное руководство или инструкцию по эксплуатации. Устройство не должно существенно влиять на работу камеры и изменять условия испытания.

А.8 Приборы контроля и записи параметров процесса испытания должны обеспечивать непрерывную или дискретную фиксацию значений показателей с необходимой частотой измерения. Допускается проводить измерение скорости воздуха только при подготовке испытательной камеры.

Контроль и запись параметров испытания должны осуществляться с точностью измерения, не ниже:

- температура, °С 0,1;
- относительная влажность, % 3;
- воздухообмен, % 5;
- скорость воздуха, м/с 0,05.



Движение потоков воздуха показано стрелками.

1 — испытуемые образцы;

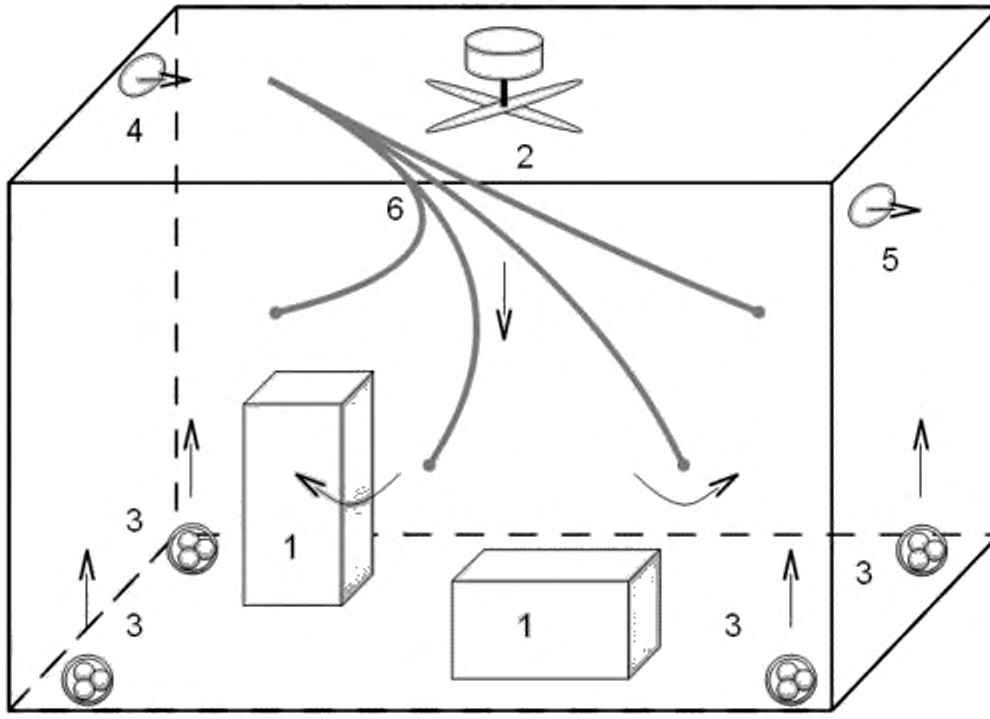
2 — решетчатая подставка или фальшпол;

3 — вентиляторы;

4 — входной штуцер;

5 — выходной штуцер.

Рисунок А.1 — Схемы расположения образцов и вентиляторов в камере объемом не более 1,0 м^3



Движение потоков воздуха показано стрелками.

1 — испытуемые образцы;

2 — основной вентилятор;

3 — дополнительные вентиляторы;

4 — входной штуцер;

5 — выходной штуцер;

6 — воздуховоды с точками отбора проб воздуха

Рисунок А.2 - Схема расположения образцов, воздуховодов и вентиляторов в камере объемом более 1,0 м^3

Примечания:

1 Для камер высотой не менее 2000 мм уровни отбора проб располагаются на высоте 750 мм и 1500 мм.

2 При проведении испытаний изделий мебели подставки для образцов не используют.

Приложение Б
(рекомендуемое)
Методика построения калибровочного графика при определении выделения формальдегида

Б.1 Аппаратура и реактивы

- Пипетки вместимостью 1, 5 и 25 $см^3$.
- Колбы мерные вместимостью 25, 100 и 250 $см^3$.
- Стандартные образцы состава раствора формальдегида, 1 мг/$см^3$.

Б.2 Ход определения

Б.2.1 Приготовление стандартных растворов проводят следующим образом:

а) Стандартный раствор «А» (30 мг формальдегида в 1 $дм^3$) готовится из стандартного образца состава раствора формальдегида. Для этого 3 $см^3$ этого раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем водой до метки. Раствор перемешивают.

б) Стандартный раствор «Б» (3 мг формальдегида в 1 $дм^3$) готовится 10-кратным разбавлением стандартного раствора А. Для этого 25 $см^3$ раствора «А» помещают в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$ и доводят объем водой до метки. Раствор перемешивают. Допускается приготовление меньшего объема раствора Б, но не менее 25 $см^3$.

Б.2.2 Построение калибровочного графика проводят следующим образом.

Калибровочные растворы формальдегида готовят 3-мя сериями в колбах вместимостью 25 $см^3$ с пробками по три образца в каждой серии, кроме раствора сравнения, в соответствии с таблицей Б.1. Сначала добавляют растворы ацетилацетона и уксуснокислого аммония, а затем раствор формальдегида.

Таблица Б.1 – Растворы для построения калибровочного графика

Наименование раствора	Серия растворов			
	1-я	2-я	3-я	Раствор сравнения
Стандартный раствор «Б» формальдегида, $см^3$	1	2	5	0
Раствор уксуснокислого аммония, $см^3$	В каждую колбу по 5			
Раствор ацетилацетона, $см^3$	В каждую колбу по 5			
Содержание формальдегида в каждом растворе серии (С), мкг	3	6	15	0
Примечание — раствор сравнения по составу идентичен неиспользованному поглотительному раствору.				

Объем раствора в каждой колбе дополняют водой до метки, закрывают колбы пробками, содержимое колб перемешивают и нагревают в термостате при (60 — 65) °С в течение 10 мин. После этого охлаждают колбы до комнатной температуры в течение одного часа в защищенном от света месте. Ускоренное охлаждение колб не допускается.

Определяют оптическую плотность растворов (D) с помощью спектрофотометра по инструкции к нему. Измерение оптической плотности проводят при длине волны 412 нм в кюветах с шириной рабочего слоя 50 мм относительно раствора сравнения. За результат измерения принимают средне арифметическое значение трех последовательных показаний прибора.

Б.3 Обработка результатов

По полученным результатам с учетом нулевой точки (начала координат) как экспериментальной точки строят калибровочный график зависимости содержания формальдегида (С, мкг) в пробе от оптической плотности (D) на миллиметровой бумаге или используют программные средства. Допускается

графическое или аналитическое выражение указанной зависимости с обязательным оформлением протокола или записью в журнале о результатах расчетов с указанием даты.

Калибровочный график должен проверяться не менее одного раза в месяц. Для проведения оперативной проверки калибровочного графика допускается измерение оптической плотности раствора сравнения относительно воздуха или воды. Значение оптической плотности проверяемого раствора сравнения не должно отличаться от начального его значения более чем на 20 %.

Примечание — калибровочные коэффициенты (график) действительны только для данной партии растворов и для данного оборудования (спектрофотометр, кюветы), на котором проводилось их определение. При замене или ремонте оборудования, построение калибровочного графика должно быть повторено.

Приложение В
(рекомендуемое)

Методика построения калибровочного графика при определении выделения фенола

В.1 Дополнительная аппаратура и реактивы.

- Пипетки вместимостью 1, 5 $см^3$.
- Колбы мерные вместимостью 25, 50 и 100 $см^3$.
- Стандартные образцы состава раствора фенола, 1 мг/$см^3$.

В.2 Ход определения

В.2.1 Приготовление стандартных растворов проводят следующим образом:

а) Стандартный раствор «А» (10 мг фенола в 1 $дм^3$) готовится из стандартного образца состава раствора фенола. Для этого 1 $см^3$ этого раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и дополняют объем до метки водой. Раствор перемешивают.

б) Стандартный раствор «Б» (1 мг фенола в 1 $дм^3$) готовится 10-кратным разбавлением стандартного раствора «А». Для этого 5 $см^3$ раствора «А» помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и дополняют объем до метки водой. Раствор перемешивают.

В.2.2 Построение калибровочного графика проводят следующим образом

Калибровочные растворы фенола готовят в мерных колбах вместимостью 25 $см^3$ по три образца каждого, кроме раствора сравнения в соответствии с приведенной ниже таблицей В1. Добавление растворов фенола и диазотированного п-нитроанилина необходимо проводить в колбы, наполовину заполненные поглотительным раствором.

Таблица В1 – Растворы для построения калибровочного графика.

Наименование раствора	Серия растворов			
	1-я	2-я	3-я	Раствор сравнения
Стандартный раствор фенола	1 $см^3$ раствора «Б»	5 $см^3$ раствора «Б»	2 $см^3$ раствора «А»	0
Раствор *n*-нитроанилина диазотированного, $см^3$	В каждую колбу по 2			
Содержание фенола в каждом растворе серии (С), мкг	1	5	20	0

Объём раствора в каждой колбе дополняют поглотительным раствором до метки, закрывают колбы пробками, содержимое колб перемешивают и выдерживают в течение 20 мин. Продолжительность выдержки для всех проб должна быть одинаковой.

Определяют оптическую плотность растворов (D) с помощью спектрофотометра по инструкции к нему. Измерение оптической плотности проводят при длине волны 494 нм в кюветах с шириной рабочего слоя 50 мм относительно раствора сравнения. За результат измерения принимают средне арифметическое значение трёх последовательных показаний прибора.

В.3 Обработка результатов

По полученным результатам с учётом нулевой точки (начала координат) как экспериментальной точки строят калибровочный график зависимости содержания фенола (С, мкг) в пробе от оптической плотности (D) на миллиметровой бумаге или используют программные средства. Допускается графическое или аналитическое выражение указанной зависимости с обязательным оформлением протокола или записью в журнале о результатах расчетов с указанием даты.

Калибровочный график должен проверяться не менее одного раза в месяц. Для проведения оперативной проверки калибровочного графика допускается измерение оптической плотности раствора сравнения относительно возду-

ха или воды. Значение оптической плотности проверяемого раствора сравнения не должно отличаться от начального его значения более чем на 20 %.

Примечание — калибровочные коэффициенты (график) действительны только для данной партии растворов и для данного оборудования (спектрофотометр, кюветы), на котором проводилось их определение. При замене или ремонте оборудования, построение калибровочного графика должно быть повторено.

Приложение Г.
(рекомендуемое)

Методика построения калибровочного графика при определении выделения аммиака

Г.1 Дополнительная аппаратура и реактивы.

- Пипетки вместимостью 1 и 5 $см^3$.
- Колбы мерные вместимостью 25, 50 и 100 $см^3$.
- Стандартные образцы состава раствора аммиака, 1 мг/$см^3$.

Г.2 Ход определения

Г.2.1 Приготовление стандартных растворов проводят следующим образом:

а) Стандартный раствор «А» (30 мг аммиака в 1 $дм^3$) готовится из стандартного образца состава раствора аммиака. Для этого 3 $см^3$ этого раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем до метки поглотительным раствором. Раствор перемешивают.

б) Стандартный раствор «Б» (3 мг аммиака в 1 $дм^3$) готовится 10-кратным разбавлением стандартного раствора «А». Для этого 5 $см^3$ раствора «А» помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и доводят объем до метки поглотительным раствором. Раствор перемешивают.

Г.2.2 Построение калибровочного графика проводят следующим образом

Калибровочные растворы аммиака готовят в мерных колбах вместимостью 25 $см^3$ по три образца каждого, кроме раствора сравнения в соответствии с приведенной ниже таблицей Г1. Добавление растворов аммиака и реактива Несслера необходимо проводить в колбы, наполовину заполненные поглотительным раствором.

Таблица Г1 – Растворы для построения калибровочного графика.

Наименование раствора	Серия растворов			
	1-я	2-я	3-я	Раствор сравнения
Стандартный раствор аммиака	2 $см^3$ раствора «Б»	5 $см^3$ раствора «Б»	1 $см^3$ раствора «А»	0
Прозрачная часть раствора реактива Несслера, $см^3$	В каждую колбу по 2			
Содержание аммиака в каждом растворе серии (С), мкг	6	15	30	0

Объем раствора в каждой колбе дополняют поглотительным раствором до метки, закрывают колбы пробками, содержимое колб перемешивают и выдерживают в течение 10 мин.

Определяют оптическую плотность растворов (D) с помощью спектрофотометра по инструкции к нему. Измерение оптической плотности проводят при длинне волны 450 нм в кюветах с шириной рабочего слоя 50 мм относительно раствора сравнения. За результат измерения принимают средне арифметическое значение трех последовательных показаний прибора.

Г.3 Обработка результатов

По полученным результатам с учётом нулевой точки (начала координат) как экспериментальной точки строят калибровочный график зависимости содержания аммиака (С, мкг) в пробе от оптической плотности (D) на миллиметровой бумаге или используют программные средства. Допускается графическое или аналитическое выражение указанной зависимости с обязательным оформлением протокола или записью в журнале о результатах расчетов с указанием даты.

Калибровочный график должен проверяться не менее одного раза в месяц. Для проведения оперативной проверки калибровочного графика допускается измерение оптической плотности раствора сравнения относительно возду-

ха или воды. Значение оптической плотности проверяемого раствора сравнения не должно отличаться от начального его значения более чем на 20 %.

Примечание — калибровочные коэффициенты (график) действительны только для данной партии растворов и для данного оборудования (спектрофотометр, кюветы), на котором проводилось их определение. При замене или ремонте оборудования, построение калибровочного графика должно быть повторено.

УДК 684.4.001.4:006.354 ОКС 79.97.140 К29

Ключевые слова: мебель, древесные материалы, полимерные и полимерсодержащие материалы, формальдегид, фенол, аммиак, испытательная климатическая камера

Начальник отдела 130 ФГУП «ВНИЦСМВ» Е.Н. Веснина

Ответственный секретарь ТК 121 «Плиты древесные» Ю.В. Яровикова

gost.e-ecolog.ru