ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 12219-2– 2014

ВОЗДУХ ВНУТРЕННЕГО ПРОСТРАНСТВА АВТОТРАНСПОРТНЫХ СРЕДСТВ

Часть 2

Скрининг выделения летучих органических соединений материалами внутренней отделки и деталей салона Метод с применением эластичных емкостей

ISO 12219-2:2012

Interior air of road vehicles — Part 2: Screening method for the determination of the emissions of volatile organic compounds from vehicle interior parts and materials — Bag method

(IDT)

Издание официальное

Москва

Стандартинформ

2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Научно-исследовательский центр контроля и диагностики технических систем» (АО «НИЦ КД») на основе собственного аутентичного перевода стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 457 «Качество воздуха»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 11 ноября 2014 г. № 1552-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 12219-2:2012 «Воздух внутреннего пространства автотранспортных средств. Часть 2. Скрининг выделения летучих органических соединений материалами внутренней отделки и деталей салона. Метод с применением эластичных емкостей» (ISO 12219-2:2012 «Interior air of road vehicles — Part 2: Screening method for the determination of the emissions of volatile organic compounds from vehicle interior parts and materials — Bag method»).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

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 Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (gost.ru)

© Стандартинформ, 2014

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 Нормативные ссылки.....
3 Термины и определения.....
4 Основные положения .....
5 Оборудование и материалы .....
6 Условия испытаний.....
6.1 Основные положения.....
6.2 Размер образца для испытаний.....
6.3 Условия выдержки образцов (срок и условия хранения) .....
6.4 Температура нагрева.....
6.5 Продолжительность нагрева.....
6.6 Количество газа, требуемое для наполнения эластичной емкости для отбора проб.....
7 Проверка условий испытаний.....
7.1 Контроль условий испытаний.....
7.2 Степень извлечения.....
8 Метод испытаний .....
8.1 Испытательное оборудование.....
8.2 Подготовка к испытанию.....
8.3 Проведение испытаний .....
8.4 Отбор проб газа.....
9 Методики анализа.....
9.1 Количественное определение летучих органических соединений.....
9.2 Количественное определение формальдегида и других карбонильных соединений.....
10 Вычисление массы газообразных компонентов в эластичной емкости.....
11 Протокол испытаний.....
12 Обеспечение и контроль качества .....
Приложение А (справочное) Общий порядок приготовления и хранения образцов для испытаний .....

Приложение В (справочное) Дополнительная информация по протоколу испытаний и степени извлечения определяемых компонентов.....

Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации.....

Библиография.....

Введение

Летучие органические соединения (ЛОС) широко применяются в промышленности и их могут выделять изделия и материалы ежедневного пользования. В последние годы изучение ЛОС связано с их отрицательным влиянием на качество воздуха замкнутых помещений. Помимо домов и рабочих мест люди длительное время проводят в своих автотранспортных средствах (АТС). В связи с этим важно определить выделение ЛОС материалами внутренней отделки салона автомобиля и при необходимости снизить их до приемлемого уровня. Таким образом, необходимо получить исчерпывающую и надежную информацию о типах органических соединений, находящихся в воздухе салона АТС, а также об их содержании.

В настоящем стандарте установлен метод испытаний АТС с целью скрининга ЛОС, формальдегида и других карбонильных соединений, выделяемых материалами деталей салона, с применением отбора проб в эластичные емкости.

Количественное определение выделения ЛОС материалами деталей салона АТС может быть осуществлено несколькими способами, а выбираемый подход зависит от ожидаемого результата и типа материала. Например, для получения данных о выделении ЛОС узлами в сборке (например, панелью инструментов, креслом и т. д.) необходимо применять эластичные емкости достаточно большой вместимости, чтобы в них можно было поместить узел в сборке. Между тем, для получения данных о выделении ЛОС представительными образцами однородных материалов внутренней отделки салона АТС может быть выбран метод испытаний с применением микрокамеры.

Применение различных методов испытаний, метода с применением эластичных емкостей / микрокамеры/ камеры малой вместимости предполагает соответствующий подход.

Определение содержания ЛОС рассмотрено также в ИСО 16000-3, [2], ИСО 16000-6, [3], [4], [5], [6], [7], ИСО 16017-1 и [8].

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВОЗДУХ ВНУТРЕННЕГО ПРОСТРАНСТВА АВТОТРАНСПОРТНЫХ СРЕДСТВ

Часть 2

Скрининг выделения летучих органических соединений материалами внутренней отделки и деталей салона Метод с применением эластичных емкостей

Interior air of road vehicles. Part 2. Screening method for the determination of the emissions of volatile organic compounds from vehicle interior parts and materials. Bag method

Дата введения – 2015–12–01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод испытаний автотранспортного средства (АТС) с предварительным отбором проб в эластичные емкости для количественного определения летучих органических соединений (ЛОС), формальдегида и других карбонильных соединений, которые могут быть выделены материалами деталей салона АТС. Метод предназначен для оценки и скрининга выделения ЛОС материалами внутренней отделки и деталей салона нового АТС, таких как кресло, панель инструментов, материалы отделки потолка и т.д.

Метод испытаний, установленный в настоящем стандарте, включает процедуру скрининга ЛОС, формальдегида и других карбонильных соединений с применением эластичных емкостей для отбора проб воздуха.

Настоящий стандарт предоставляет независимым испытательным лабораториям и отраслям промышленности экономичный подход для:

a) оценки и скрининга прототипов материалов/деталей с низким уровнем выделения ЛОС на стадии разработки;

b) сравнения выделения ЛОС изделиями одного вида с разными заданными параметрами (например различного цвета или структуры).

В настоящем стандарте приведены требования к конструкции, эксплуатационным характеристикам эластичных емкостей для отбора проб (далее – эластичных емкостей), а также к оценке их пригодности для определения выделения паров органических соединений материалами внутренней отделки и деталей АТС.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ – Пользователь настоящего стандарта несет

Издание официальное

ответственность за разработку соответствующих мер безопасности и охраны здоровья. Следуют требованиям безопасности, установленным в национальных нормативных документах.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ИСО 16000-3 Воздух замкнутых помещений. Часть 3. Определение содержания формальдегида и других карбонильных соединений. Метод активного отбора проб (ISO 16000-3, Indoor air — Part 3: Determination of formaldehyde and other carbonyl compounds in indoor air and test chamber air — Active sampling method)

ИСО 16000-6:2011 Воздух замкнутых помещений. Часть 6. Определение летучих органических соединений в воздухе замкнутых помещений и испытательной камеры путем активного отбора проб на сорбент Tenax TA с последующей термической десорбцией и газохроматографическим анализом с использованием МСД или МСД/ПИД (ISO 16000-6:2011, Indoor air — Part 6: Determination of volatile organic compounds in indoor and test chamber air by active sampling on Tenax TA® sorbent, thermal desorption and gas chromatography using MS or MS–FID).

ИСО 16017-1 Воздух атмосферный, рабочей зоны и замкнутых помещений. Отбор проб летучих органических соединений при помощи сорбционной трубки с последующей термодесорбцией и анализом методом капиллярной газовой хроматографии. Часть 1. Отбор проб методом прокачки (ISO 16017-1, Indoor, ambient and workplace air — Sampling and analysis of volatile organic compounds by sorbent tube/thermal desorption/capillary gas chromatography — Part 1: Pumped sampling)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **деталь салона автотранспортного средства** (vehicle interior part): Часть (деталь) внутренней отделки салона АТС, в том числе связующие, отделочные материалы, например, герметики, клеи, покрытия.

3.2 **масса в эластичной емкости для отбора проб;** масса в эластичной емкости (sampling bag value): Увеличение массовой концентрации определяемого компонента газа (ЛОС, формальдегид или карбонильные соединения), выделенного

испытываемым образцом, умноженное на общий объем газа, заполняющего эластичную емкость.

3.3 **образец для испытаний** (test specimen): Часть детали или репрезентативный образец материала, вырезанный из деталей (частей) внутренней отделки салона АТС для проведения испытаний.

3.4 **летучее органическое соединение**; ЛОС (volatile organic compound; VOC): Органическое соединение, температура кипения которого находится в диапазоне от (50 °С до 100 °С) до (240 °С до 260 °С).

[ИСО 16000-6:2011, 3.2]

3.5 **общее количество летучих органических соединений**; ОЛОС (total volatile organic compounds): Суммарное содержание летучих органических соединений, отобранных на Tenax TA®[1)], элюируемых начиная с пика *н*-гексана и заканчивая пиком *н*-гексадекана включительно, обнаруживаемых пламенно-ионизационным детектором ($ОЛОС_{пид}$) или масс-спектрометрическим детектором ($ОЛОС_{мс}$) и количественно определяемых путем пересчета суммарной площади всех хроматографических пиков на толуол.

Примечание – Адаптировано из ИСО 16000-6:2011, 3.4.

4 Основные положения

Метод испытаний, установленный в настоящем стандарте, включает вычисление массы в эластичной емкости ЛОС, формальдегида и других карбонильных соединений, которые могут диффундировать от деталей и материалов внутренней отделки салона АТС. Один или несколько испытываемых образцов, помещенных в эластичную емкость для отбора проб, нагревают до установленной температуры, а затем газовую часть собирают для проведения количественного состава. Определяют значения содержания соединений, выделенных испытываемым образцом материала, вычитая из определенных при испытании значений содержания ЛОС, формальдегида и других карбонильных соединений значения, полученные в холостом опыте.

Аналитическая часть полной методики количественного определения основана на применении сорбционных трубок с последующей термической

[1)] Торговое наименование продукции, выпускаемой Buchem. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой ИСО данной продукции. Допускается использовать другую продукцию, если с ее помощью можно получить аналогичные результаты.

десорбцией и газохроматографическим анализом на содержание ЛОС (по ИСО 16000-6) и картриджей с 2,4-динитрофенилгидразином (ДНФГ) с последующим применением метода высокоэффективной жидкостной хроматографии и регистрации ультрафиолетового поглощения для определения содержания формальдегида и других карбонильных соединений (по ИСО 16000-3).

Применяемая методика анализа аттестована для количественного определения ЛОС при их содержании в кубическом метре от следовых количеств до нескольких миллиграмм. Метод применим при определении содержания неполярных и слабополярных ЛОС с летучестью в диапазоне между *н*-C_6 и *н*-C_{16}.

Применяемая методика анализа аттестована для количественного определения формальдегида и других карбонильных соединений при их массовой концентрации в диапазоне приблизительно от 1 мкг/м^3 до 1 мг/м^3.

5 Оборудование и материалы

5.1 Основное оборудование

Аппаратура и материалы, необходимые для проведения испытаний по количественному определению значений содержания ЛОС, формальдегида и других карбонильных соединений в эластичной емкости включает, в основном, следующее:

- эластичную емкость для отбора проб;
- азот или воздух (газ для наполнения эластичной емкости);
- термостат;
- насосы;
- встроенный расходомер;
- газоанализатор;
- сорбционные трубки и картриджи с ДНФГ.

5.2 Эластичная емкость для отбора проб

5.2.1 Основное

Эластичные емкости для отбора проб, применяемые в настоящем стандарте, должны быть в соответствии с 5.2.2, 5.2.3, 5.2.4 и 7.2.

5.2.2 Материал и вместимость

Материал эластичных емкостей для отбора проб должен быть инертным, непроницаемым и не сорбирующим определяемые соединения [например полимеры, такие как поливинилфторид (ПВФ) или перфторированный сополимер этилена с пропиленом], и должен соответствовать техническим требованиям,

установленным в 7.2. Вместимость эластичной емкости должна быть не менее 10 л.

5.2.3 Герметичность

Эластичные емкости должны быть тщательно загерметизированы с помощью инертной клейкой пленки или проварены по бокам для изоляции от неконтролируемого натекания атмосферного воздуха.

5.2.4 Значение холостого опыта

Содержание аналитов в эластичной емкости без образца, полученное при ее нагревании до температуры испытания (65 °С), должно быть минимальным (например не более 0,075 мкг/на эластичную емкость для формальдегида и других карбонильных соединений и не более 0,05 мкг/на эластичную емкость для ЛОС) и не влиять на результаты измерений.

5.3 Чистота газа

Азот или воздух, которым заполняют эластичную емкость, должен быть чистым и сухим. Содержание в них ЛОС, формальдегида и других карбонильных соединений должно быть минимальным и не оказывать негативного воздействия на результаты измерений.

Чистота азота или воздуха должна соответствовать требованиям ИСО 16000-3 и ИСО 16000-6.

5.4 Термостат

В термостате должно быть обеспечено постоянство и равномерность заданной температуры по всему объему.

Термостат, в котором нагревают эластичную емкость, должен обеспечивать поддержание контролируемой температуры в пределах ±1 °С.

5.5 Насосы

Для быстрого вакуумирования эластичных емкостей используют вакуумные насосы или другую аппаратуру.

5.6 Встроенный расходомер или газовый счетчик

Объем отбираемых или других газов должен быть измерен с помощью встроенного в насос расходомера или газового счетчика [($V \pm 0,1$) л, где V – объем газа] и приведен к стандартным условиям (23 °С и 101,3 кПа).

5.7 Газоанализатор

Анализ ЛОС выполняют в соответствии с ИСО 16000-6, используя термодесорбцию (ТД) и газовый хроматограф с масс-спектрометрическим (ГХ-МС) и пламенно-ионизационным детекторами (ГХ-ПИД). Для анализа формальдегида и других карбонильных соединений следует применять высокоэффективный жидкостный хроматограф (ВЭЖХ).

Примечания

1 Применяют газоанализаторы в соответствии с ИСО 16000-3, ИСО 16017-1 и ИСО 16000-6, также допускается применять оборудование с эквивалентными или лучшими характеристиками.

2 Вероятно также, что более простые аналитические системы (например комбинация ТД-ГХ/ПИД) предпочтительнее использовать при рутинном применении в аналитических лабораториях промышленных производств.

5.8 Устройства для отбора проб паров

Трубки, заполненные сорбентом (таким как Tenax TA или Tenax GR[1)]), применяют для отбора проб парообразных органических соединений для определения ЛОС с температурой кипения в более широком диапазоне от *н*-гексана до *н*-гексадекана в соответствии с ИСО 16000-6. Следует отметить, что для определения соединений с летучестью в более широком диапазоне могут потребоваться другие сорбенты или комбинации сорбентов. Более подробная информация по сорбентам приведена в ИСО 16017-1 или ИСО 16000-6, приложение D[2)].

Картриджи с ДНФГ, описанные в ИСО 16000-3, применяют для отбора и анализа формальдегида и других карбонильных соединений.

[1)] Торговое наименование продукции, выпускаемой Buchem. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой ИСО данной продукции. Допускается использовать другую продукцию, если с ее помощью можно получить аналогичные результаты.

[2)] В соответствии с ИСО 16000-6, приложение D можно использовать сорбенты Carbopack X [Торговое наименование продукции, выпускаемой Supelco Corp. (US)], Carbograph 5 DT [Торговое наименование продукции, выпускаемой Lara S.r.l. (It)]. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой ИСО данной продукции. Допускается использовать другую продукцию, если с ее помощью можно получить аналогичные результаты, например, углеродные молекулярные сита.

6 Условия испытаний

6.1 Основные положения

Условия испытаний должны соответствовать требованиям, приведенным в настоящем разделе. Помещение, в котором проводят испытания, должно быть хорошо проветрено для сведения к минимуму влияния фоновых загрязнений.

6.2 Размер образца для испытаний

Образец для испытаний должен иметь площадь наружной поверхности 100 см^2 (например размеры 10 см × 10 см). Толщина образца для испытаний не регламентируется, однако ее следует указывать в протоколе испытаний.

Примечание – Обрезанные края оставляют не обработанными.

6.3 Условия выдержки образцов (срок и условия хранения)

Образцы должны быть испытаны не позднее четырех недель с момента их изготовления. Каждый образец для испытаний должен быть соответствующим образом упакован и храниться в условиях, исключающих его загрязнение химическими веществами и влияние таких факторов как тепло, влажность и других.

Срок и условия хранения следует указывать в протоколе испытаний. В тех случаях, когда вышеуказанные условия согласованы с заказчиком, должна также быть сделана запись в протоколе испытаний.

Подробная информация о подготовке и хранении образцов для испытаний приведена в приложении А.

6.4 Температура нагрева

Эластичные емкости должны быть равномерно нагреты до температуры (65 ± 1) °С.

Испытания могут быть проведены при другой температуре по согласованию заинтересованных сторон.

6.5 Продолжительность нагрева

Эластичные емкости следует нагревать в течение 2 ч ± 5 мин.

6.6 Количество газа, требуемое для наполнения эластичной емкости для отбора проб

После загрузки испытываемого образца в эластичную емкость проводят ее вакуумирование, по окончанию которой в нее закачивают сухой чистый газ объемом 5 л.

Заполнять эластичную емкость непосредственно с помощью насоса нецелесообразно, т. к. при этом в нее может быть внесено загрязнение.

7 Проверка условий испытаний

7.1 Контроль условий испытаний

Температуру нагрева следует регулярно контролировать и регистрировать.

Погрешность измерения температуры измерительными приборами должна быть в пределах ± 0,5 °С.

7.2 Степень извлечения

Степень извлечения определяют как отношение общего количества ЛОС, формальдегида и других карбонильных соединений, отобранных в эластичную емкость, к известному общему количеству ЛОС, формальдегида и других карбонильных соединений, введенных в эластичную емкость.

Степень извлечения определяемых ЛОС, формальдегида и других карбонильных соединений следует измерять с применением соответствующих стандартных газов. Эластичные пакеты для отбора проб должны обеспечивать среднюю степень извлечения не менее 60 % для формальдегида и 70 % – для толуола.

Примечание – Требования к пределам погрешности измерений не будут соблюдены, если допущена утечка газа вследствие негерметичности пробоотборного устройства, имеют место эффекты поглощения или с нарушениями проведена градуировка оборудования. Эффекты поглощения и характеристики абсорбции тесно связаны со свойствами выделяемых ЛОС, формальдегида и других карбонильных соединений. Для того, чтобы идентифицировать влияние этих процессов, ЛОС, формальдегид и другие карбонильные соединения с различной молярной массой или полярностью могут быть введены в эластичные емкости для проведения дополнительных испытаний по определению степени извлечения (см. В.3).

8 Метод испытаний

8.1 Испытательное оборудование

Схема установки для проведения испытаний приведена на рисунке 1.

8.2 Подготовка к испытанию

8.2.1. Очистка эластичной емкости

Эластичные емкости должны быть очищены перед испытанием следующим

образом:

- подсоединяют трубку из политетрафторэтилена (ПТФЭ) к выходному штуцеру эластичной емкости;

- заполняют эластичную емкость сухим азотом или воздухом, затем откачивают из нее газ с помощью насоса;

- повторяют процедуру заполнения и откачки три раза.

Предварительно эластичные емкости могут быть нагреты (например, до 80 °С) для снижения в них фонового содержания определяемых соединений.

Использованные эластичные емкости не следует применять для последующих измерений из-за эффектов памяти.

8.2.2 Подготовка эластичной емкости

После очистки отрезают один конец эластичной емкости и помещают в нее один или несколько испытуемых образцов. Загибают обрезанный конец эластичной емкости и тщательно герметизируют с применением герметизирующего материала (например самоклеящейся пленки) или путем термосварки. Заполняют эластичную емкость сухим азотом или воздухом, а затем опустошают ее. Снова заполняют эластичную емкость сухим азотом или воздухом объемом 5 л. Аналогичную последовательность операций следует выполнять с пустой эластичной емкостью для использования ее в качестве холостой пробы.

8.3 Проведение испытаний

Помещают эластичную емкость, содержащую один или несколько испытываемых образцов, и пустую эластичную емкость в термостат при установленной температуре (см. 6.4). Подсоединяют трубки из ПТФЭ эластичных емкостей к специальному отверстию в стенке термостата, соблюдая герметичность. Обе эластичные емкости должны прогреваться в течение установленного времени (см. 6.5).

Началом испытания считают момент времени, когда эластичную емкость помещают в термостат.

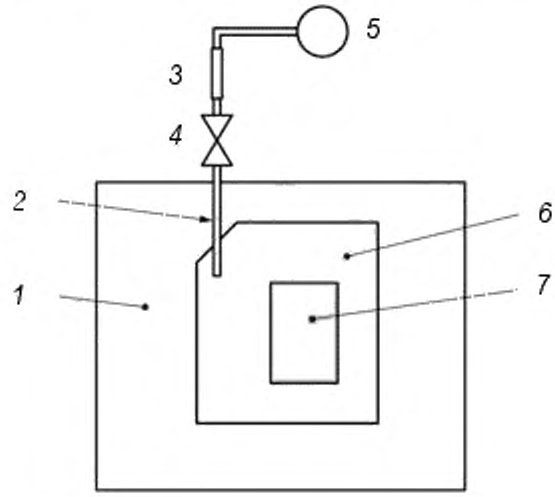
8.4 Отбор проб газа

Убеждаются в том, что температура в термостате остается неизменной после нагревания в течение установленного времени (см. 6.5), а затем одновременно подсоединяют устройства для отбора проб паров (см. 5.8) к трубкам из ПТФЭ эластичных емкостей. Для обеспечения герметичного соединения устройства отбора проб и трубки из ПТФЭ следует применять подходящую муфту. Для этой цели

подходят обжимные муфты из нержавеющей стали с наконечниками из ПТФЭ.

Объем пробы после приведения к заданной температуре должен составлять 1 л для ЛОС и 3 л – для формальдегида и других карбонильных соединений. При необходимости может быть проведен дополнительный отбор проб ЛОС.

При объеме пробы менее 3 л может оказаться невозможным получение заявленного значения предела обнаружения (см. ИСО 16000-3).



1 – термостат; *2* – трубка из ПТФЭ; *3* – сорбционная трубка; *4* – кран; *5* – насос; *6* – эластичная емкость; *7* – испытываемый образец

Рисунок 1 – Схема установки для проведения испытаний

Пробоотборная трубка должна быть как можно короче. Длина пробоотборной трубки за пределами термостата должна быть, например 10 см, и ее также можно подогреть для предотвращения конденсации.

9 Методики анализа

9.1 Количественное определение летучих органических соединений

Количественное определение ЛОС проводят в соответствии с ИСО 16000-6. Содержание ЛОС определяют в реальных и холостых пробах.

9.2 Количественное определение формальдегида и других карбонильных соединений

Количественное определение формальдегида и других карбонильных

соединений проводят в соответствии с ИСО 16000-3. Содержание формальдегида и других карбонильных соединений определяют в реальных и холостых пробах.

10 Вычисление массы газообразных компонентов в эластичной емкости

Массу компонента газа, выделенного испытуемым образцом, в эластичной емкости m, мкг, вычисляют по формуле

$$m = (\gamma_s - \gamma_b)V, \quad (1)$$

где γ_s – массовая концентрация ЛОС, формальдегида или другого карбонильного соединения в пробе, отобранной из эластичной емкости с испытуемым(и) образцом(ами), после ее нагрева в соответствии с процедурой испытаний мкг/м^3;

γ_b – массовая концентрация ЛОС, формальдегида или другого карбонильного соединения в пробе, отобранной из эластичной емкости, не содержащей испытуемый образец, после ее нагрева в соответствии с процедурой испытаний, мкг/м^3;

V – объем газа, отобранного в эластичную емкость, м^3.

11 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать следующую информацию:

a) о лаборатории/организации, проводящей испытания:

- наименование и адрес;
- ФИО лица, ответственного за проведение испытаний;

b) об испытуемом образце:

- тип материала (например материал конструкции, наименование части, если это уместно);
- способ выбора образцов для испытания (например, случайный);
- другая информация об испытуемой части салона АТС (дата производства, номер партии, дата поступления в испытательную лабораторию, дата распаковывания, условия хранения, дата и время, когда испытуемые образцы были подготовлены для испытаний);

c) по результатам испытаний – масса в эластичной емкости:

- определяемых ЛОС;
- формальдегида;
- других карбонильных соединений;

- ОЛОС;

d) об условиях проведения эксперимента:

- условия отбора пробы в эластичную емкость (температура, партия и тип, продолжительность, объем газа);
- площадь наружной поверхности испытуемого образца;
- информация, касающаяся отбора определяемых ЛОС, формальдегида и других карбонильных соединений (используемые сорбционные трубки, объем собранного газа и т.д.);

e) о средствах измерений и расходных материалах – информацию, относящуюся к используемым средствам измерений и обращению с ними, например к

- эластичным емкостям;
- герметизирующим материалам;
- термостатам;
- насосам;
- газоанализаторам;

f) об обеспечении и контроле качества:

- содержание в холостой пробе ЛОС, формальдегида и других карбонильных соединений;
- степень извлечения, используемая для оценки эффектов поглощения определяемых ЛОС, формальдегида и других карбонильных соединений;
- число измерений;
- погрешность измерения температуры;
- содержание определяемого газообразного компонента в чистом картридже с ДНФГ.

Пример протокола испытаний приведен в таблице 1.

12 Обеспечение и контроль качества

Требования настоящего стандарта достаточны для его применения при быстром скрининге продуктов выделения как части рутинного контроля качества или для внутризаводского сравнения качества деталей, материалов.

Однако, если испытания с применением эластичных емкостей проводят с целью оценки вклада изделия в загрязнение атмосферного воздуха парами органических соединений, выделяемых в салоне АТС, экспериментально, то следует применять процедуры обеспечения качества, установленные в соответствующих стандартах (например ИСО 16000-9).

Следует выполнять меры, необходимые для контроля качества результатов измерений в соответствии с ИСО 16000-3 и ИСО 16000-6, в том числе:

- холостые пробы приготовляют в соответствии с разделом 8;

- уровень холостых показаний является приемлемым, если площадь пиков примесей составляет менее 10 % площади пиков определяемых соединений;

- эффективность десорбции ЛОС и карбонильных соединений следует проверять в соответствии с ИСО 16000-3 и ИСО 16000-6;

- эффективность улавливания можно контролировать с помощью подсоединенных дополнительных сорбционных трубок или путем отбора проб объемом меньше гарантированного объема пробы,

- следует определять повторяемость отбора проб воздуха и метода анализа. Относительное стандартное отклонение при отборе и анализе двух параллельных проб должно быть ≤ 15 % (см. ИСО 16000-3 и ИСО 16000-6);

Примечание – На повторяемость испытания влияет неоднородность испытуемого материала.

- степень извлечения углеводородов от C_6 до C_{16} включительно должна составлять не менее 95 % (см. 16000-6);

- следует вести документацию, подтверждающую прослеживаемость к эталонам, применяемым при калибровке средств измерений температуры, влажности и объемного расхода газа.

Таблица 1 – Пример протокола испытаний

a) Организация, проводящая испытания	
Наименование	Корпорация XXXXX
Адрес	A-B, CC, DD-ku, Tokyo
Ответственное лицо	Ichiro Kikaku
b) Испытуемый образец	
Вид или тип (наименование части/детали)	Сиденье
Номер изделия	AB1234
Способ приготовления образца для испытаний	От части отрезан испытываемый образец размером 10 см × 10 см
Форма испытываемого образца	Толщина 3 мм; масса 12 г

Продолжение таблицы 1

Дата изготовления	2007-03-13
Дата поступления	2007-03-15
Дата снятия упаковки	2007-03-16
Дата и время подготовки испытываемых образцов к испытанию	2007-03-16 15:00
Дата испытания	2007-03-16
Замечания	
c) Результаты испытания	
Компонент пробы газа	Масса в эластичной емкости, мкг
Формальдегид	Не обнаружен (н.о.) (≤0, xyz)
Ацетальдегид	1,0
Толуол	2,0
o-, *м*-, *n*-ксилол	3,0
Этилбензол	4,0
Стирол	5,0
ОЛОС	100
d) Условия испытания	
Температура нагрева	65 °С
Период нагрева	2 ч
Объем введенного газа	5 л
Площадь верхней поверхности испытуемого образца	100 см^2
Условия отбора ЛОС	
Сорбционная трубка	Tenax TA
Объем отобранного газа	1,0 л × 2
Условия отбора формальдегида и других карбонильных соединений	
Картридж	ДНФГ
Объем собранного газа	3,0 л
Температура окружающего воздуха	23 °С
Относительная влажность окружающего воздуха	55 %

Продолжение таблицы 1

Комментарии:	Полиэфир, партия 1234
e) Испытательное оборудование	
Термостат	Типа AAA, изготовленный Корпорацией BBB
Герметизирующий материал	Самоклеящаяся пленка из ПТФЭ
Термосварка	Не применялась
Оборудование для отбора проб воздуха	Насос для отбора проб, изготовленный корпорацией CCC
Газоанализаторы	
Определение формальдегида и других карбонильных соединений	
Высокоскоростной жидкостный хроматограф	DDDD
Детектор	EEEE
Определение ЛОС (толуола, ксилола, других ЛОС, ОЛОС)	
Система термодесорбции	FFFF
Газовый хроматограф – масс-спектрометр	GGGG
f) обеспечение/контроль качества	

Определяемое соединение	Массовая концентрация, полученная при испытании, мкг/м^3	Массовая концентрация в холостой пробе, мкг/м^3
Формальдегид	н.о. (ниже предела обнаружения) (≤ 000)	н.о. (≤ 000)
Ацетальдегид	X	н.о. (≤ 000)
Толуол	XX	н.о. (≤ 000)
о-, м-, п-ксилол	XXX	н.о. (≤ 000)
Этилбензол	YYY	н.о. (≤ 000)
Стирол	ZZZ	н.о. (≤ 000)
ОЛОС	••••	•••
Число измерений	1	–

Окончание таблицы 1

Степень извлечения	85 % (по толуолу)	
Пределы допускаемой погрешности измерения температуры	± 0,5 °С	
Содержание определяемого газообразного компонента в чистом картридже с ДНФГ	н.о. (≤ 000)	н.о. (≤ 000)

g) Анализ результатов испытаний

Значения массы m определяемых компонентов в эластичной емкости для испытуемого образца, вычисленные по формуле (1).

Приложение А
(справочное)

Общий порядок приготовления и хранения образцов для испытаний

А.1 Введение

При необходимости приведенные ниже процедуры могут быть пересмотрены и скорректированы при получении в будущем какой-либо новой информации.

А.2 Отбор изделий, транспортирование и хранение образцов для испытаний

А.2.1 Общие положения

Для того, чтобы определить массу в эластичной емкости ЛОС, формальдегида и других карбонильных соединений, выделяемых частями салона АТС методом с использованием эластичных емкостей, следует осторожно обращаться с исследуемым образцом продукции перед и во время проведения испытания. Испытание проводят только для новых деталей, материалов, частей деталей, которые далее будут использованы при сборке АТС.

А.2.2 Метод отбора изделий

С изделиями, подлежащими испытанию, после их изготовления и упаковывания следует обращаться обычным способом. Образцы для испытаний, вырезанные из изделий, которые были случайным образом выбраны из перечня анализируемой продукции, должны быть сразу же упакованы и как можно быстрее отправлены в организацию, проводящую испытания.

А.2.3 Упаковывание и транспортирование образцов для испытаний

Образцы для испытаний должны быть защищены от загрязнения химическими веществами и влияния тепла и влажности. Каждый испытываемый образец должен быть завернут в алюминиевую фольгу (глянцевой стороной наружу) или упаковочный материал, полученный переработкой алюминия, и помещен в полиэтиленовый пакет или завернут в лист, покрытый с внутренней стороны прозрачной пленкой из ПВФ. Для предотвращения старения образцов под действием солнечного излучения хранение и транспортирование следует осуществлять в картонных коробках.

На характеристики выделения испытываемых образцов могут влиять условия транспортирования. Особое внимание следует уделять влиянию температуры.

А.2.4 Хранение образцов до проведения испытания

Испытания по проверке характеристик выделения испытываемых образцов следует начинать сразу по поступлению их в организацию, проводящую испытания. До начала испытаний образцы должны храниться в герметичной упаковке согласно А.2.3 для предотвращения их разрушения или загрязнения в период хранения (обычно 2 недели).

А.3 Прочие положения

Подготовка и хранение образцов для испытаний должны быть в соответствии с процедурами, установленными в А.2, однако заинтересованные стороны могут установить другие процедуры с учетом свойств материала образца для испытаний или процесса его изготовления.

Приложение В
(справочное)

Дополнительная информация по протоколу испытаний и степени извлечения определяемых компонентов

В.1 Введение

При необходимости приведенная ниже информация может быть пересмотрена и скорректирована при получении в будущем какой-либо новой информации.

В.2 Протокол испытаний и степень извлечения

Протокол испытаний и степень извлечения должны быть в соответствии с обязательными требованиями настоящего стандарта, однако настоящий стандарт не ограничивает заинтересованные стороны в выборе и согласовании других процессов и процедур.

В.3 Процедура испытания по определению степени извлечения

В.3.1 Методика определения степени извлечения с применением эластичных емкостей

В.3.1.1 Приготовляют три эластичные емкости и продувают их три раза чистым сухим азотом.

В.3.1.2 Вакуумируют эластичную емкость и с использованием микрошприца вводят 1 мкл стандартного раствора определяемого соединения (например стандартный раствор, содержащий различные ЛОС, общей массовой концентрацией 1000 мкг/мл).

В.3.1.3 Вводят 5 л чистого сухого азота или воздуха в эластичную емкость и сразу же ее герметизируют.

В.3.1.4 Помещают эластичную емкость на 2 ч в термостат, в котором задана и поддерживается температура (65 ± 1) °С.

В.3.1.5 Отбирают газы из эластичной емкости. Условия отбора следующие.

Для сорбционных трубок с Tenax TA®: отбирают две параллельные газообразные пробы объемом 1 л при объемном расходе не более 250 мл/мин.

Для картриджа с ДНФГ: отбирают одну газообразную пробу объемом 3 л при объемном расходе не более 800 мл/мин.

Газы следует отбирать из нагретой эластичной емкости.

Примечание – При определении степени извлечения определяемых компонентов могут быть использованы поверочные газовые смеси.

В.3.2 Холостой опыт с применением эластичных емкостей

Повторяют процедуру, установленную в В.3.1, с эластичной емкостью, не содержащей испытуемый образец, для получения значения холостого опыта.

В.3.3 Вычисление степени извлечения

Вычисляют степень извлечения w, %, выраженную через массовую долю каждого определяемого соединения, на основе окончательных результатов анализа (методом ВЭЖХ – для формальдегида или других карбонильных соединений и методом ТД-ГХ-МС – для ЛОС) по формуле

$$w = \frac{\gamma_{i,\mathrm{meas}}}{\gamma_{i,\mathrm{std}}} \times 100 \qquad \text{(В.1)}$$

где $\gamma_{i,\mathrm{meas}}$ – содержание i-ого соединения, полученное при испытании (ЛОС, формальдегид или другое карбонильное соединение), микрограммы на эластичную емкость;

$\gamma_{i,\mathrm{std}}$ – содержание i-ого соединения в поверочной газовой смеси (ЛОС, формальдегид или другое карбонильное соединение), микрограммы на эластичную емкость (см. 7.2).

Значения, полученные в холостых опытах, следует вычитать из полученных экспериментальных значений для каждой из определяемых групп соединений. Степень извлечения газообразного компонента следует вычислять как среднее арифметическое результатов трех параллельных измерений.

Приложение ДА
(справочное)
Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО 16000-3	IDT	ГОСТ Р ИСО 16000-3–2007 Воздух замкнутых помещений. Часть 3. Определение содержания формаль-дегида и других карбонильных соединений. Метод активного отбора проб
ИСО 16000-6:2011	–	*
ИСО 16017-1	IDT	ГОСТ Р ИСО 16017-1–2007 Воздух атмосферный, рабочей зоны и замкнутых помещений. Отбор проб летучих органических соединений при помощи сорбционной трубки с последующей термодесорбцией и газохроматогра-фическим анализом на капиллярных колонках. Часть 1. Отбор проб методом прокачки

* Соответствующий национальный стандарт отсутствуют. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Примечание – В настоящей таблице использованы следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

- IDT – идентичные стандарты.

Библиография

[1] JASO M902:2011 *Material and surface treatment — Road vehicles — Interior parts and materials — Measurement methods of diffused volatile organic compounds (VOC)*

Documents on VOCs cited informatively

[2] ISO 16000-5 *Indoor air — Part 5: Sampling strategy for volatile organic compounds (VOCs)*

[3] ISO 16000-9 *Indoor air — Part 9: Determination of the emission of volatile organic compounds from building products and furnishing — Emission test chamber method*

[4] ISO 16000-10 *Indoor air — Part 10: Determination of the emission of volatile organic compounds from building products and furnishing — Emission test cell method*

[5] ISO 16000-11 *Indoor air — Part 11: Determination of the emission of volatile organic compounds from building products and furnishing — Sampling, storage of samples and preparation of test specimens*

[6] ISO 16000-24 *Indoor air — Part 24: Performance test for evaluating the reduction of volatile organic compound (except formaldehyde) concentrations by sorptive building materials*

[7] ISO 16000-25 *Indoor air — Part 25: Determination of the emission of semi-volatile organic compounds by building products — Micro-chamber method*

[8] ISO 16017-2 *Indoor, ambient and workplace air — Sampling and analysis of volatile organic compounds by sorbent tube/thermal desorption/capillary gas chromatography — Part 2: Diffusive sampling*

УДК 504.3:006.354 ОКС 13.040.20 43.020 Т58

Ключевые слова: воздух, дорожно-транспортные средство, салон, летучие органические соединения, формальдегид, карбонильные соединения, материалы отделочные для салона, скрининг, эластичные емкости, отбор проб

Председатель ТК 457,
Генеральный директор АО «НИЦ КД» _____ (личная подпись) В.Г. Шолкин (инициалы, фамилия)

Руководитель разработки
Начальник НИО
(должность)
АО «НИЦ КД»
(наименование предприятия-разработчика стандарта) _____ (личная подпись) Н.Ф. Курышева (инициалы, фамилия)

Исполнители:
Ответственный секретарь ТК 457,
начальник НИС (должность) _____ (личная подпись) Л.В. Колесникова (инициалы, фамилия)

gost.e-ecolog.ru