ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 12219-4— 2015

ВОЗДУХ ВНУТРЕННЕГО ПРОСТРАНСТВА АВТОТРАНСПОРТНЫХ СРЕДСТВ

Часть 4

Метод определения выделений летучих органических соединений материалами внутренней отделки и деталей салона. Метод с применением небольшой камеры

(ISO 12219-4:2013, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

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 12 октября 2015 г. № 1540-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 12219-4:2013 «Воздух внутреннего пространства автотранспортных средств. Часть 4. Метод определения выделений летучих органических соединений материалами внутренней отделки и деталей салона. Метод с применением небольшой камеры» (ISO 12219-4:2013 «Interior air of road vehicles — Part 4: Method for the determination of the emissions of volatile organic compounds from vehicle interior parts and materials — Small chamber 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.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

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 ... 1
2 Нормативные ссылки ... 1
3 Термины и определения ... 2
4 Обозначения ... 3
5 Основные положения ... 4
6 Подготовка установки для испытания на выделение ... 4
6.1 Состав установки ... 4
6.2 Камера небольшой вместительности ... 4
6.3 Контроль температуры в небольшой камере ... 5
6.4 Увлажнение воздуха ... 5
6.5 Подача чистого воздуха ... 6
7 Контроль качества ... 6
7.1 Общие положения ... 6
7.2 Воздухонепроницаемость ... 6
7.3 Степень извлечения и эффекты оседания ... 7
7.4 Подаваемый воздух ... 7
8 Деталь или материал внутренней отделки салона ... 8
8.1 Общие положения ... 8
8.2 Условия хранения детали или материала внутренней отделки салона ... 8
8.3 Упаковка, транспортирование и хранение детали или материала внутренней отделки салона ... 8
9 Стандартная методика испытаний ... 9
9.1 Общие положения ... 9
9.2 Промывание и очистка ... 9
9.3 Испытание ... 9
10 Вычисление интенсивности выделения ... 11
11 Протокол испытаний ... 11
12 Обеспечение качества/контроль качества ... 12
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации ... 13
Библиография ... 14

Введение

Летучие органические соединения (ЛОС) широко применяются в промышленности, а также их могут выделять изделия и материалы повседневного пользования. В последние годы они привлекли к себе внимание из-за отрицательного влияния на качество воздуха замкнутых помещений. Помимо домов и рабочих мест люди длительное время проводят в своих автотранспортных средствах (АТС). Важно определить выделения материалами внутренних частей и уменьшить их, если потребуется, до приемлемого уровня. Поэтому, необходимо получить исчерпывающую и достоверную информацию о типах органических соединений, находящихся в воздухе салона АТС, а также об их содержании.

Мониторинг выделений внутренними компонентами отделки АТС может проводиться несколькими способами, и выбранный подход зависит от желаемого результата и типа материала. Например, для получения данных по выделениям ЛОС от собранных узлов (например, приборной панели или сиденья) необходимо применять эмиссионные камеры или эластичные емкости, имеющие достаточную вместимость (обычно не менее 4 $м^3$) для размещения в них собранного узла. Подобные испытания могут продолжаться несколько часов или даже суток, в зависимости от времени установления равновесия и требований соответствующего протокола испытаний.

В настоящем стандарте установлен метод определения видов и уровней содержания ЛОС в компонентах внутренней отделки АТС при контролируемых условиях с применением небольшой эмиссионной испытательной камеры (камеры небольшой вместимости). В стандарте приведены требования к небольшим камерам и протоколу испытаний. Анализ проводят в соответствии с ИСО 16000-6 (для ЛОС) и ИСО 16000-3 (для карбонильных соединений).

Вместимость небольших камер ограничена, поэтому наилучшим образом они подходят для испытаний небольших узлов или представительных образцов однородных материалов салона АТС. Небольшие камеры позволяют провести качественный и количественный анализ ЛОС и запротоколировать его результаты. Полученные данные могут быть использованы для определения соотношения между методами оценки выделения ЛОС образцами материалов и методами оценки содержания ЛОС в салоне АТС.

Настоящий стандарт основан на положениях, приведенных в VDA 276 [2] и ASTM D5116 [1], и взаимоувязан с ИСО 16000-9 [4]. Определение содержания ЛОС приведено также в ИСО 16000-3, ИСО 16000-5 [3], ИСО 16000-6, ИСО 16000-9 [4], ИСО 16000-10 [5], ИСО 16000-11 [6], ИСО 16000-24 [7], ИСО 16000-25 [8], ИСО 16017-1 [9] и ИСО 16017-2 [10].

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВОЗДУХ ВНУТРЕННЕГО ПРОСТРАНСТВА АВТОТРАНСПОРТНЫХ СРЕДСТВ

Часть 4

Метод определения выделений летучих органических соединений материалами внутренней отделки и деталей салона

Метод с применением небольшой камеры

Interior air of road vehicles. Part 4. Method for the determination of the emissions of volatile organic compounds from vehicle interior parts and materials. Small chamber method

Дата введения — 2016—12—01

1 Область применения

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за разработку соответствующих мер безопасности и охраны здоровья. Следует соблюдать требования безопасности, установленные в национальных нормативных документах.

Настоящий стандарт устанавливает метод качественного и количественного определения парообразных органических соединений (летучих и некоторых среднелетучих), выделяемых материалами внутренней отделки салона автотранспортного средства (АТС), с применением небольшой камеры при испытаниях в условиях, моделирующих реальную эксплуатацию АТС. Небольшие камеры предназначены для получения промежуточной информации, необходимой для определения выделения ЛОС в салоне АТС. Метод с применением небольших камер предназначен для оценки выделения ЛОС новыми деталями внутренней отделки салона и кабины АТС, но может, в принципе, применяться для компонентов АТС, бывшего в эксплуатации.

К определяемым соединениям относят ЛОС (обычно к ЛОС относят органические соединения, обладающие летучестью в диапазоне от *н*-гексана до *н*-гексадекана) и летучие карбонильные соединения, такие как формальдегид. Метод количественного определения ЛОС установлен в ИСО 16000-6, формальдегида и некоторых других легких карбонильных соединений — в ИСО 16000-3.

Примечание — Соединения более летучие, чем *н*-гексан и менее летучие, чем *н*-гексадекан также могут быть проанализированы (за дополнительной информацией следует обратиться к ИСО 16000-6—2011, приложение D и ИСО 16017-1 [8]).

Настоящий стандарт дополняет ASTM D5116 [1] и VDA 276 [2] и предоставляет независимым испытательным лабораториям и отраслям промышленности подход для:

a) выявления влияния реальных условий эксплуатации АТС, используя конкретные данные о выделениях ЛОС;

b) сравнения выделений от различных сборок по отношению к конкретным выделениям ЛОС;

c) оценки и классификации испытуемых изделий и материалов внутренней отделки АТС в соответствии с данными об уровне выделения ими ЛОС;

d) получения конкретных данных о выделении ЛОС для разработки и проверки взаимосвязи между методами оценки на уровне выделений отдельными деталями и материалами и методе оценки на уровне АТС;

e) оценки прототипа при разработке изделий и материалов с «низким выделением».

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты:

Издание официальное

ИСО 3833 Дорожные транспортные средства. Типы. Термины и определения (ISO 3833, Road vehicles — Types — Terms and definitions)

ИСО 16000-3:2011 Воздух замкнутых помещений. Часть 3. Определение содержания формальдегида и других карбонильных соединений в воздухе внутри помещения и воздухе испытательной камеры. 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)

3 Термины и определения

3.1 **кратность воздухообмена** (air change rate): Отношение объема чистого воздуха, поступающего в небольшую камеру за час, к свободному объему этой камеры, выраженному в тех же единицах.

[ИСО 16000-9:2006, 3.1, модифицирован]

3.2 **циркуляция воздуха** (air circulation): Идеальное перемешивание воздуха в небольшой камере.

3.3 **расход воздуха** (air flow rate): Объем воздуха, поступающий в небольшую камеру, в единицу времени.

[16000-9:2006, 3.2, модифицирован]

3.4 **проба воздуха** (air sample): Представительный, предварительно установленный, объем атмосферного воздуха в небольшой камере.

3.5 **скорость воздуха** (air speed): Средняя скорость потока воздуха над поверхностью исследуемого образца.

3.6 **фоновое содержание** (background concentration): Содержание индивидуальных летучих органических соединений $ЛОС_X$ (или группы летучих органических соединений), измеренное на выходе небольшой камеры.

3.7 **источник чистого воздуха** (clean air supply): Очищенный воздух, находящийся под давлением, или синтетический воздух в газовых баллонах.

3.8 **небольшая камера** (small chamber): Камера небольшой вместимости, с контролируемыми рабочими параметрами, предназначенная для определения летучих органических соединений, выделяемых изделиями.

3.9 **содержание в небольшой камере** (small chamber concentration): Содержание определяемых индивидуальных летучих органических соединений $ЛОС_X$ (или группы летучих органических соединений), измеренное на выходе небольшой камеры.

3.10 **выделение** (emission): Органические вещества, выделяемые компонентом при существующих условиях испытаний.

3.11 **идеальное перемешивание воздуха** (ideal air mixing): Распределение вещества, диффундирующего в идеально смешивающую камеру без временной задержки, полностью и равномерно по всей камере.

3.12 **подаваемый воздух** (supply air): Сумма всех газовых потоков, поступающих в небольшую камеру.

3.13 **коэффициент загрузки материалом** (product loading factor): Отношение площади поверхности, подвергаемой воздействию (или массы, или объема) испытываемого образца, к свободному объему небольшой камеры.

3.14 **степень извлечения** (recovery rate): Отношение массы определяемого ЛОС в воздухе на выходе небольшой камеры за заданный период времени к массе определяемого ЛОС, добавленного в небольшую камеру, за этот же период времени.

Примечания

1 Степень извлечения характеризует качество метода в целом.

2 Степень извлечения обычно выражают в процентах.

3.15 **образец** (sample): Часть штучного продукта, которая является представительной для его производства.

[ИСО 16000-9:2006, 3.10]

3.16 **удельная интенсивность выделения** q_x (specific emission rate q_x): Удельная скорость выделения ЛОС, описываемая массой ЛОС, выделяемой из продукта во времени, при заданном времени от начала испытания.

Примечания

1 В настоящем стандарте используется удельная интенсивность выделения на единицу площади q_A. В зависимости от требований к измерениям также могут быть использованы другие удельные величины, например удельная интенсивность выделения на единицу длины q_l, удельная интенсивность выделения на единицу объема q_v и удельная интенсивность выделения на изделие q_u.

2 Термин «удельная интенсивность выделения на единицу площади» иногда используют параллельно с термином «коэффициент выделения».

3 Удельную интенсивность выделения выражают в единицах массы на единицу времени.

[ИСО 16000-9:2006, 3.11, модифицирован].

3.17 **поверхность детали, поверхность компонента салона АТС** (surface of the component, surface of the automotive interior product): Поверхность, формируемая контуром детали или изделия салона, проницаемая для органических веществ.

3.18 **определяемое летучее органическое соединение** (target volatile organic compound): Индивидуальное летучее органическое соединение, выделяемое испытываемым материалом.

3.19 **испытываемый образец** (test specimen): Часть образца, подготовленная специальным образом для проведения испытаний в небольшой камере с целью воспроизведения характера выделения ЛОС испытываемым материалом или изделием.

[ИСО 16000-9:2006, 3.13, модифицирован]

3.20 **общие летучие органические соединения**; ОЛОС (total volatile organic compound; TVOC): Сумма летучих органических соединений, отобранных на Tenax TA®, элюируемых из неполярной капиллярной колонки между *н*-гексаном и *н*-гексадеканом включительно, детектируемых пламенно-ионизационным детектором или масс-спектрометрическим детектором и количественно определяемых в данном аналитическом окне путем пересчета суммированной площади всех хроматографических пиков на толуол (в массовом эквиваленте).

[ИСО 16000-6:2011, 3.4, модифицирован]

Примечание — Несмотря на то, что настоящий стандарт устанавливает метод определения индивидуальных ЛОС, на практике обычно определяют одно значение массовой концентрации, характеризующее общее количество ЛОС, присутствующих в воздухе. Это значение считают значением, соответствующим ОЛОС. Следует подчеркнуть, что полученное данным методом значение массовой концентрации ОЛОС зависит от используемых методов отбора и анализа проб, поэтому оно должно быть приведено с полным описанием этих методов.

3.21 **выходящий воздух** (outlet air): Воздух, покидающий небольшую камеру через фиксированное отверстие.

3.22 **летучее органическое соединение**; ЛОС (volatile organic compound; VOC): Органическое соединение, выделяемое испытываемым образцом, и все соединения, обнаруживаемые в воздухе на выходе небольшой камеры.

[ИСО 16000-9:2006, 3.15, модифицирован]

Примечания

1 По практическим причинам, которые необходимо учитывать при работе с испытательными камерами, определение ЛОС несколько отличается от определения, приведенного в ИСО 16000-6. В ИСО 16000-6 определение основано на измерениях при диапазоне значений температур кипения ЛОС от (50 °С — 100 °С) до (240 °С — 260 °С).

2 Метод определения выделения ЛОС, установленный настоящим стандартом, является оптимальным для соединений, попадающих под определение ОЛОС.

3.23 вместимость небольшой камеры (volume of the small chamber): Объем камеры за вычетом объемов технических устройств и приборов внутри нее.

4 Обозначения

Ниже приведены обозначения и сокращения, принятые в настоящем стандарте.

Значение	Обозначение	Единица измерения
t	Время	час или день
γ_x	Массовая концентрация $ЛОС_x$ в небольшой камере	мкг/м^3

Значение	Обозначение	Единица измерения
q	Удельный расход воздуха на единицу площади (n/L_A)	$м^3/(м^2 \cdot ч)$
q_u	Удельная интенсивность выделения ЛОС на изделие	мкг/ч
q_1	Удельная интенсивность выделения ЛОС на единицу длины	мкг/(м·ч)
q_A	Удельная интенсивность выделения ЛОС на единицу площади	$мкг/(м^2 \cdot ч)$
q_V	Удельная интенсивность выделения ЛОС на единицу объема	$мкг/(м^3 \cdot ч)$
q_m	Удельная интенсивность выделения ЛОС на единицу массы	мкг/(кг·ч)
n	Кратность воздухообмена	1/ч
L_A	Коэффициент загрузки материалом	$м^2/м^3$

5 Основные положения

Детали или материалы внутренней отделки салона АТС помещают в небольшую камеру (вместимостью от 0,5 $м^3$ до 4,0 $м^3$) с почти идеальным перемешиванием и выдерживают при заданных температуре, относительной влажности и кратности воздухообмена или обновления воздуха. Органические вещества, выделяющиеся с поверхности детали, накапливаются в небольшой камере и переносятся воздушным потоком.

Пробы воздуха отбирают через определенные промежутки времени. Содержание газообразных веществ в воздухе небольшой камеры может быть определено качественно и количественно с использованием методик химического анализа и на основании этих данных может быть определена скорость выделения целевых соединений из испытуемого материала.

6 Подготовка установки для испытания на выделение

6.1 Состав установки

Испытательная установка для определения выделений газообразных соединений состоит из следующих функциональных компонентов:

- небольшой камеры;
- системы перемешивания воздуха;
- системы подачи чистого воздуха;
- системы контроля и регулирования температуры, влажности и расхода;
- линии отбора проб.

Требования к конструкции камеры, устройствам, соединениям и обработке поверхностей этих отдельных функциональных компонентов не установлены. Рекомендации по обеспечению качества при непрерывных измерениях приведены в разделе 7.

6.2 Камера небольшой вместительности

6.2.1 Общие положения

Камера небольшой вместительности — это воздухонепроницаемый контейнер вместимостью от 0,5 до 4,0 $м^3$. Стандартная небольшая камера типичного размера имеет вместимость (1,00 ± 0,05) $м^3$. Вместимость камеры должна быть указана в протоколе испытаний. Внутри нее находятся устройство для перемешивания воздуха и подставка для того, чтобы гарантировать, что деталь не касается стенок. Должны быть предусмотрены трубопроводы для потоков входящего и выходящего воздуха для регулировки перемешивания (обновления воздуха) или для отбора проб воздуха. Пример небольшой камеры схематически изображен на рисунке 1.

6.2.2 Материалы

Общие положения и требования, предъявляемые ко всем типам небольших камер, приведены ниже.

Метод с применением небольшой камеры включает следующие основные элементы:

- воздухонепроницаемая небольшая камера;
- поверхность стенок небольшой камеры и подставки для размещения детали должны быть изготовлены из высококачественной электрополированной стали. Если узлы или детали внутри камеры не

могут быть сделаны из высококачественной стали с отполированной поверхностью в силу технологических причин, то необходимо выбирать материалы покрытия с низким уровнем выделения и поглощения органических веществ;

- нагревательная система и система контроля температуры;

- линия отбора проб, изготовленная из инертного, не выделяющего и не абсорбирующего или адсорбирующего материала, с подогревом для предотвращения конденсации/осаждения на внутренних стенках, при необходимости. Длина линии отбора проб должна быть по возможности короткой и не превышать 3 м;

- системы подачи чистого воздуха и его увлажнения;

- соответствующие системы мониторинга и контроля (для обеспечения того, что испытание выполнено согласно установленным условиям). Также требуются соответствующие трубки отбора проб паров.

Любые уплотняющие материалы (например, прокладки или кольца), используемые для герметизации дверок или крышек небольших камер должны иметь низкий уровень выделения и поглощения определяемых ЛОС. Они не должны значительно увеличивать фоновое содержание ЛОС в камере. Кольца или прокладки должны легко удаляться для проведения очистки или их замены. Площадь поверхности частей, соприкасающихся с воздухом внутри небольшой камеры, не должна превышать в сумме 5 % площади поверхности стенок камеры.

6.2.3 Герметичность

Во избежание неконтролируемого воздухообмена следует убедиться, что утечка воздуха, вызванная нарушением герметичности, не превышает 0,5 % объема небольшой камеры в минуту или 5 % расхода подаваемого воздуха при избыточном давлении 1000 Па в испытаниях с перемешиванием воздуха (обновлением воздуха). Во избежание натекания извне небольшая камера должна работать при давлении, немного превышающем атмосферное давление в лаборатории. В частности, такое избыточное давление необходимо при отборе проб воздуха.

6.2.4 Перемешивание воздуха

Методика основана на том, что воздух внутри камеры тщательно перемешивается. Существуют подходящие устройства для перемешивания воздуха, которые могут соответствовать этому условию, используемые при тестировании больших объемов сыпучих материалов.

Расход воздуха (скорость потока) в центре пустой небольшой камеры должен превышать 0,1 $м \cdot с^{-1}$.

Примечание — Подходящими устройствами для измерения скорости потока воздуха являются анемометры на термоэлементах или пленочные анемометры, откалиброванные в диапазоне измерений от 0,1 до 0,5 м/с.

6.2.5 Очистка

Посредством соответствующих процедур очистки, таких как тепловая десорбция, при повышенных температурах, гарантируют полную очистку камеры между испытаниями. Фоновое значение пустой небольшой камеры должно соответствовать требованиям, приведенным в 7.4.2. Если фоновое значение не может быть достигнуто, необходимо провести дополнительную очистку небольшой камеры. Подробное описание приведено в 9.2.

6.3 Контроль температуры в небольшой камере

Температуру в камере следует точно контролировать, поскольку существует устойчивая взаимосвязь между температурой и уровнем химического выделения. Камера должна поддерживать заданную температуру с пределами допускаемых отклонений ± 1,0 °С. Интенсивность выделения ЛОС зависит от конкретной температуры, поэтому важно поддерживать постоянную температуру в небольшой камере в течение всего испытания.

6.4 Увлажнение воздуха

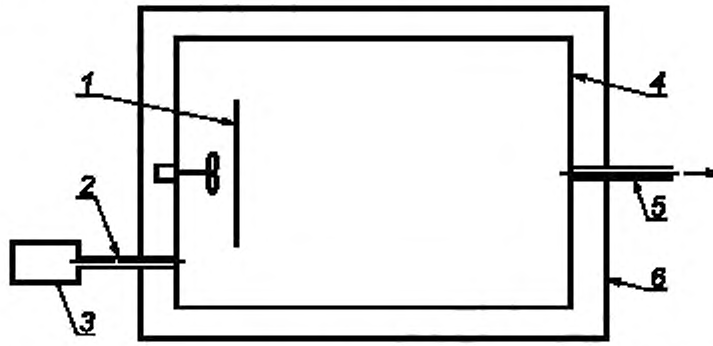
Увлажнение подаваемого воздуха в небольшой камере должно быть проведено таким образом, чтобы исключить возникновение испарений, паров и аэрозолей. Поддерживают относительную влажность подаваемого воздуха 5 % при температуре 65 °С с помощью системы увлажнения. Это соответствует относительной влажности 50 % при 21 °С или точки росы при 10,4 °С. С помощью датчика контролируют относительную влажность в камере и поддерживают заданную температуру точки росы и, при необходимости, воздух подогревают до заданной температуры. Поддержание постоянной точки росы и температуры воздуха гарантирует постоянную относительную влажность в камере.

6.5 Подача чистого воздуха

Испытание с перемешиванием или обновлением воздуха и отбор проб воздуха требуют притока чистого воздуха. Перемешивание воздуха или кратность воздухообмена 0,4 $ч^{-1}$ в условиях испытания (температура 65 °С, давление окружающей среды) должно быть установлено с пределами допускаемых отклонений ± 5 %.

Суммарное содержание летучих органических углеводородных соединений (ОЛОС, см. 3.20) в подаваемом воздухе не должно быть более 50 мкг/$м^3$ для ОЛОС или 5 мкг/$м^3$ для любого индивидуального соединения до начала испытаний.

Во избежание адсорбции соединений в чистом подаваемом воздухе из него должны быть удалены с помощью фильтра (например, фильтр HEPA) твердые примеси.



1 — циркуляция воздуха; *2* — контролируемый увлажненный поток; *3* — система подачи чистого воздуха; *4* — небольшая камера; *5* — линия отбора проб; *6* — термостатированная испытательная камера

Рис. 1 — Схема небольшой испытательной камеры для определения выделений

7 Контроль качества

7.1 Общие положения

Минимальные требования к небольшой камере для определения выделения ЛОС приведены ниже.

Погрешности измерений могут возникать вследствие применения многочисленных технических функций в небольшой камере, которая требует регулярной и тщательной проверки всей системы. Поскольку эти погрешности могут влиять непосредственно на результат испытаний, небольшая камера должна быть включена в систему обеспечения качества, или должен применяться метод непрерывного сравнения результатов.

Несколько важных методов проверок параметров испытания приведены в 7.2 – 7.4.

7.2 Воздухонепроницаемость

7.2.1 Общие положения

Воздухонепроницаемость небольшой камеры проверяют при избыточном давлении до 1000 Па, измеряя падение давления в течение 2 ч. Чувствительность датчика давления должна быть меньше, чем 100 Па с погрешностью в пределах ± 5 %. Среднее значение удельной скорости утечки n_L, отнесенное к объему небольшой камеры, выраженное в тысячных долях в час, за этот же период вычисляют по формуле

$$n_L = \frac{1000}{t}\left[\frac{p_1}{p_2} - 1\right], \quad (1)$$

где p_1 — абсолютное давление в небольшой камере в начале испытаний, Па;

p_2 — абсолютное давление в небольшой камере в конце испытаний, Па;

t — период времени определения утечки, ч.

7.2.2 Альтернативная методика 1

Герметичность небольшой камеры определяют, измеряя период полупадения давления $t_{1/2}$ от установленного избыточного давления 1000 Па. Период полупадения — это период времени, в течение которого избыточное давление достигает половины своего первоначального значения. С учетом $t_{1/2}$ удельную скорость утечки $n_{L,\%}$ из небольшой камеры, выраженную в процентах в час, можно вычислить по формуле

$$n_{L,\%} = \frac{100}{t} \cdot \frac{\Delta p}{p} \cdot \frac{\ln 2}{t_{1/2}}, \quad (2)$$

где $\Delta p/p$ — относительное избыточное давление по отношению к давлению окружающей среды;

$t_{1/2}$ — период времени, в течение которого избыточное давление достигает половины своего первоначального значения, ч.

При каждом испытании герметичность небольшой камеры определяют при температуре 65 °С.

7.2.3 Альтернативная методика 2

Небольшую камеру считают герметичной, если утечка воздуха составляет менее 5 % расхода подаваемого воздуха.

7.2.4 Скорость воздуха

Скорость потока воздуха измеряют в центре пустой небольшой камеры. Для измерений может быть применен анемометр на термоэлементах, а также пленочный или крыльчатый анемометр.

7.3 Степень извлечения и эффекты оседания

Степень извлечения органических паров может быть определена путем введения известной массы одного или более конкретных определяемых ЛОС в камеру на соответствующей подложке, с последующим отбором проб общей массы паров на выходе небольшой камеры. При испытаниях в качестве определяемых соединений обычно применяют: толуол, н-додекан и их полярный заменитель, например 2-этилгексанол. Добавление известной массы соединения в небольшую камеру может выполняться путем впрыскивания с помощью шприца на подложку или добавлением известной массы соединения в подаваемый воздух. Подложку располагают в центре камеры. Контакт со стенками камеры должен быть исключен. Набор из нескольких подложек должен быть расположен таким образом, чтобы наилучшим способом обеспечивалась циркуляция потока воздуха. Следует обратить внимание на коэффициент загрузки материалов. Небольшая камера должна быть закрыта или заблокирована сразу же после размещения в ней соединений на подложке.

Испытания по определению степени извлечения следует выполнять при нормальных условиях испытания, например, в расчетное время, при температуре 65 °С и кратности воздухообмена 0,4 $ч^{-1}$.

Примечания

1 Если конкретная небольшая камера постоянно будет показывать низкие результаты степени извлечения, то, наиболее вероятно, это будет результатом утечек или эффектов оседания в небольшой камере.

2 Степень извлечения гигроскопичных ЛОС во влажном воздухе может оказаться низкой.

3 Эффекты оседания, нарушение герметичности или несоответствующая градуировочная характеристика могут быть причиной несоответствия требованиям. Характеристики оседания и адсорбции очень сильно зависят от типа выделяемого соединения. Для улучшения понимания механизма влияния этих процессов могут быть проведены дополнительные проверки степени извлечения с использованием определяемых ЛОС с различными молекулярными массами и полярностью.

Масса экспериментально извлеченного пара в идеале должна быть более 80 % от введенной.

7.4 Подаваемый воздух

7.4.1 Общие положения

Небольшая камера должна быть оснащена оборудованием (например, электронным контроллером массового потока), обеспечивающим непрерывный контроль температуры, относительной влажности и расхода воздуха. Температуру, относительную влажность и расход воздуха контролируют и непрерывно регистрируют приборами с пределами допускаемой погрешности:

- температуры	± 1 °С
- относительной влажности воздуха	± 0,5 % при 65 °С или ± 5 % при 21 °С
- стандартного расхода воздуха	± 5 %

Скорость потока воздуха проверяют регулярно, не реже одного раза в 12 мес с погрешностью в пределах ± 0,1 м/с. Для измерения, как правило, используют анемометр на термоэлементах. Скорость потока воздуха необходимо измерять, по крайней мере, в одном месте в центре пустой небольшой камеры.

Кратность воздухообмена проверяют регулярно, не реже одного раза в 12 мес с помощью отградуированного газового счетчика. Отклонение кратности воздухообмена от установленного значения должно быть в пределах ± 5 %.

Если эту проверку осуществляют с помощью газового счетчика или расходомера, временно устанавливаемого на выходе камеры, то необходимо помнить, что обратное давление, возникающее при подключении прибора, может привести к снижению расхода через небольшую камеру.

7.4.2 Значения фонового содержания

Значения фонового содержания ЛОС при применении методов количественного анализа следует регулярно контролировать и регистрировать.

Для количественного определения фонового содержания проводят проверку, например, с сорбентом Tenax® и последующей термической десорбцией с эффективностью не менее 10 % для индивидуальных соединений.

Фоновое содержание в небольшой камере считается приемлемым, если содержание индивидуальных веществ, определенных по этой процедуре, не превышает 10 % того же самого измеренного содержания определяемых компонентов.

7.4.3 Температура и относительная влажность

Поддержание температуры и относительной влажности в установленных пределах осуществляют с помощью комбинированного датчика температуры и влажности или другого измерительного прибора с погрешностью в пределах ± 0,5 °С или ± 5 % соответственно.

Если при испытаниях в камере в ней многократно наблюдалась конденсация, следует измерить влажность подаваемого воздуха.

8 Деталь или материал внутренней отделки салона

8.1 Общие положения

Когда определяют выделения летучих органических веществ, то условия, которым уже подвергались деталь или материал внутренней отделки салона перед испытанием, могут оказать значительное влияние на результаты, особенно на количественные оценки. Поэтому необходимо установить и соблюдать условия, в которых находятся детали или материалы внутренней отделки салона АТС до проведения испытания.

Испытуемые образцы должны пройти все этапы, характерные для процесса серийного производства, в т. ч. с применением всего вспомогательного оборудования. Любые отклонения от обычного производственного процесса должны быть детально зафиксированы в протоколе испытаний.

8.2 Условия хранения детали или материала внутренней отделки салона

Если для проведения испытания необходимо частично разобрать деталь, изъять или изменить ее каким-либо способом, то эти действия должны быть подробно описаны. При этом следует избегать загрязнения детали.

Также может происходить адсорбция веществ из окружающего воздуха поверхностью детали. Условия хранения детали до проведения испытания должны быть подробно задокументированы.

8.3 Упаковка, транспортирование и хранение детали или материала внутренней отделки салона

Деталь до начала испытания должна быть защищена от загрязнения химическими веществами и воздействия тепла, света и влажности.

Твердые материалы могут быть завернуты в алюминиевую фольгу, каждый образец отдельно, и помещены в полиэтиленовый пакет или в пакет с алюминированным покрытием или в чистую поливинилфторидную пленку. Жидкие материалы следует перевозить в закрытых банках, запечатанных контейнерах и др.

При временном хранении и транспортировании деталь должна оставаться в упаковке при температуре, не превышающей 23 °С.

Деталь должна иметь маркировку с указанием вида продукции, даты выпуска (если известно) и/или каких-либо идентификационных номеров или номера партии.

Время хранения не должно быть более 3 мес.

Хранение может повлиять на характеристики выделения из-за старения образца. Рекомендуется, чтобы время хранения образца до испытаний было сведено к минимуму.

9 Стандартная методика испытаний

9.1 Общие положения

В этом подразделе описаны процедуры, порядок проведения и требования, предъявляемые к стандартному испытанию на выделение в небольшой камере. Это испытание дает представление о спектре выделений деталями и материалами отделки салона при интенсивных климатических условиях.

Температура испытания на первом этапе кондиционирования равна 65 °С при относительной влажности подаваемого воздуха приблизительно 5 % (что соответствует относительной влажности 45 % при 23 °С). Кратность воздухообмена или обновления воздуха составляет 0,4 $ч^{-1}$.

Отбирают пробы для определения концентрации карбонильных соединений и ЛОС. В особых случаях могут быть отобраны дополнительные пробы для определения таких соединений, как N-нитрозамины, изоцианаты и амины. В дальнейшем в процедуру испытания могут быть добавлены кондиционирование фазы и измерение, например, с помощью пламенно-ионизационного детектора (ПИД). Процедура испытания должна быть занесена в протокол.

В испытываемом образце и холостой пробе определяют содержание ЛОС, формальдегида и других карбонильных соединений, выбрав соответствующие среды, например, сорбционную трубку для ЛОС или картридж с ДНФГ (или его эквивалент) для альдегидов (для более подробной информации см. ИСО 16000-6 или ИСО 16000-3 соответственно).

Установленная аналитическая процедура прошла валидацию для определения массовой концентрации ЛОС в диапазоне от суб-мкг/$м^3$ до нескольких мг/$м^3$. Метод применим для измерения содержания неполярных и слабополярных ЛОС с летучестью в диапазоне от н-$С_6$ до н-$С_{16}$.

9.2 Промывание и очистка

Все загрязненные поверхности в небольшой камере должны быть очищены до начала испытаний. При обнаружении содержания определяемых веществ на уровне фона их содержание не должно влиять на результаты количественного определения (значения холостых определений не должны быть более 10 % от содержания ЛОС в пробе).

Небольшая камера должна быть очищена от всех частиц или подобных остатков с помощью механической очистки. Удаляют уплотняющие кольца или прокладки и очищают компоненты камеры с применением щелочного моющего средства с последующим двукратным ополаскиванием чистой водой или подходящим растворителем, после чего тщательно высушивают.

В качестве альтернативы допускается нагрев собранной камеры. Повышают температуру пустой камеры до 180 °С или выше и продувают ее сильным потоком чистого газа до тех пор, пока фоновое содержание загрязняющих веществ не снизится до пренебрежимо малого уровня (см. 6.5).

Если небольшая камера имеет инертное покрытие, то во избежание его повреждения при ее очистке нельзя применять абразивные чистящие средства и/или средства с высоким pH.

9.3 Испытание

Испытание начинают с распаковки образца, хранящегося в герметичной ламинированной алюминиевой фольге, и заканчивают удалением образцов из небольшой камеры и составлением заключения об условиях и операциях испытания.

9.3.1 Предварительное хранение

Образцы для испытаний вынимают из упаковки за неделю до начала испытаний (при возможности должны быть удалены средства защиты) и хранят при температуре (23 ± 2) °С и относительной влажности (50 ± 10) %. В целях предотвращения загрязнения образцов для испытаний углеводородами должно быть уделено соответствующее внимание воздухообмену в помещении для хранения.

Детали должны храниться по отдельности на достаточном расстоянии между ними. Следует убедиться, что обеспечено равномерное распределение потока воздуха по всей поверхности испытуемого образца и в том, что испытуемые детали не лежат на поверхностях, выделяющих ЛОС. В особенности

плоские материалы (например, кожа, ткани, фольга, пластиковые пластины) должны быть размещены на раме или решетке.

Отклонения от описанной процедуры при предварительном хранении должны быть детально зафиксированы в протоколе испытаний.

9.3.2 Подготовка

Испытательный стенд, где установлена небольшая камера, перед началом испытаний должен быть тщательно проверен на наличие всех необходимых функций.

9.3.3 Очистка — первый этап

Небольшая камера должна быть очищена путем нагревания до 180 °С или максимально до 230 °С в течение ночи, если это возможно. Степень очистки небольшой камеры проверяют по результатам измерения фонового содержания ЛОС.

9.3.4 Предварительное кондиционирование — второй этап

Небольшая камера должна быть нагрета до температуры (65 ± 2) °С при относительной влажности от 4,5 % до 5,5 % или соответствующей точке росы воды от 8,6 °С до 11,6 °С.

Увлажнение подаваемого воздуха следует начинать в соответствующее время, чтобы достичь нужного уровня влажности в небольшой камере к началу испытания.

9.3.5 Отбор проб для определения фонового содержания — третий этап

Перед началом каждого нового испытания отбирают пробу воздуха для количественного определения фонового содержания ЛОС в пустой небольшой камере.

9.3.6 Размещение детали или материала внутренней отделки салона — четвертый этап

Деталь должна быть помещена на стойке в центре небольшой камеры, если это возможно, в том положении, в котором она была установлена в АТС. Соприкосновения со стенками небольшой камеры должны быть исключены. Ряд из нескольких деталей должен быть расположен так, чтобы обеспечивалось равномерное распределение потока воздуха над испытываемой поверхностью всех деталей наилучшим возможным способом. Следует уделить внимание коэффициенту загрузки деталей.

Небольшая камера должна быть закрыта или заблокирована сразу же после размещения деталей.

9.3.7 Кондиционирование и отбор проб воздуха при 65 °С — пятый этап

Испытание начинают незамедлительно после закрытия небольшой камеры либо при включении автоматизированной программы испытания, либо при ручном включении испытательной установки. Климатические параметры и отбор проб на отдельных этапах испытания приведены в таблице 1.

Отбирают пробы воздуха на выходе из небольшой камеры, хотя в небольшой камере можно использовать отдельные порты для отбора проб. Суммарный расход отобранного воздуха из небольшой камеры должен быть менее 80 % расхода подаваемого в камеру воздуха, чтобы избежать пониженного давления. Отбор проб воздуха для определения ЛОС и карбонильных соединений продолжительностью 30 мин приведен в соответствующих методах анализа.

Таблица 1 — Методика измерений по этапам

Этап	Время, ч, мин	Температура, °С	Воздухообмен, 1/ч	Методика
1	—	Макс. (230)	Макс.	Прогрев небольшой камеры (например, за ночь)
2	—	65	Макс.	Установка температуры 65 °С и поддержание температуры на уровне 65 °С
3	0:00	65	0,40	Измерение фонового содержания в течение 30 мин
4	0:30	65	0,40	Размещение образца в камере
5	4:30	65	0,40	Начало отбора проб воздуха

Продолжительность отбора проб воздуха для определения содержания зависит от используемых методов анализа и места отбора соответствующих параллельных проб воздуха.

Примечание — Отбор проб следует проводить раньше, если необходимо определить более летучие соединения.

В особых случаях могут быть отобраны дополнительные пробы для определения таких соединений, как N-нитрозамины, изоцианаты и амины. Также впоследствии к процедуре испытания могут быть добавлены дополнительное кондиционирование фазы и проведение измерений при повышенных

значениях температуры. Дополнительные пробы и измерения, например с пламенно-ионизационным детектором (ПИД), должны быть зафиксированы в протоколе испытаний.

9.3.8 Окончание испытаний

Испытания на выделение считают законченными после отключения климаторегулирующей системы или после открытия камеры для испытаний. Непосредственно после завершения испытаний испытательная камера должна быть очищена (см. 9.2).

10 Вычисление интенсивности выделения

Удельная интенсивность выделения на единицу площади или единицу массы (q_A или q_m) в небольшой камере может быть получена по содержанию кислорода в небольшой камере, применяя вычисления, приведенные в ИСО 16000-9 и ИСО 16000-10, и воспроизведенные ниже.

При заданных условиях испытания γ_x зависит от удельной интенсивности выделения на единицу площади испытуемого образца и расхода воздуха через испытательную камеру. Для отдельных ЛОС, обнаруживаемых и в материале, и в фоне, γ_x вычисляют, вычитая значение фонового содержания каждого отдельного ЛОС. В случае ОЛОС измеренный фон также вычитают. Соотношение γ_x между удельной интенсивностью выделения на единицу площади (q_A) и удельным расходом на единицу площади (q) в испытательной камере в момент времени t может быть выражено как

$$\gamma_x = q_A \frac{L_A}{n} = \frac{q_A}{q}. \quad (3)$$

Из формулы (3) следует, что удельный расход на единицу площади q равен отношению n/L_A. Для конкретного изделия, испытываемого при заданных условиях в испытательной камере, содержание $ЛОС_X$ зависит от удельного расхода воздуха на единицу площади.

Результат измерения массовой концентрации ЛОС в воздухе на выходе из испытательной камеры γ_x должен быть приведен к удельной интенсивности выделения на единицу площади, а $q_A \cdot \gamma_x$ — это среднее содержание $ЛОС_x$, вычисленное в момент времени t по параллельным пробам воздуха, отбираемым в соответствии с 9.3.7:

$$q_A = \gamma_x \cdot q. \quad (4)$$

Результат измерений должен быть отнесен ко времени измерения выделения после размещения образца в испытательной эмиссионной камере, а в протоколе может быть записан количественно через удельную интенсивность выделения на единицу площади для отдельного ЛОС и/или ОЛОС в соответствии с целью испытания.

Суммарное содержание всех выделенных материалом соединений (ОЛОС) следует рассматривать только как показатель, характерный для исследуемого материала, который может быть использован для сравнения материалов, содержащих аналогичную целевую группу ЛОС.

Массовая концентрация $\rho_{ЛОС}$ в воздухе рассчитывается, как приведено в ИСО 16000-6, раздел 11, или ИСО 16000-3, раздел 10, с использованием поправок на 23 °С и 101,3 кПа.

11 Протокол испытаний

В протоколе испытаний, если результаты, полученные с применением небольшой камеры, необходимы для оценки выделений в абсолютных единицах, приводят следующую информацию. Протокол испытаний может быть составлен в упрощенной форме, если испытание проводят в целях рутинного внутреннего контроля качества на предприятии:

a) о лаборатории, проводящей испытание:

- название и адрес (при необходимости),
- ФИО ответственного лица,
- ссылка на настоящий стандарт и соответствующую часть ИСО 12219,
- ссылка на соответствующий протокол внутреннего контроля качества на предприятии или подробное описание применяемого оборудования и методов;

b) об отобранном образце и испытуемом образце:

- тип и номер партии изделия (торговая марка при необходимости),
- способ отбора образца (например, случайный),

- предыстория материала, например дата изготовления или дата поступления в испытательную лабораторию, при необходимости,
- описание упаковки (при необходимости);

c) о процессе подготовки испытуемого образца:

- дата и время распаковывания (при необходимости) и подготовки испытуемого образца,
- условия хранения,
- описание метода подготовки, включая толщину и химический состав;

d) об условиях и методиках проведения испытаний:

- описание условий в небольшой камере [температура, поток воздуха/газа, влажность (при необходимости)],
- площадь поверхности испытуемого образца и способ нанесения (для жидких материалов, например красок, описывают состав соединения и процедуру покрытия, толщину слоя краски),
- отбор испускаемых соединений (используемый адсорбент, отобранный объем, длительность отбора проб и время после введения в небольшую камеру),
- условия проведения анализа (т. е. параметры термической десорбции, описание выбранной ГХ колонки, ГХ-МС системы и т. д.);

e) об анализе данных:

- описывают метод, использованный для вычисления удельной интенсивности выделения или данные по содержанию паров;

f) по результатам испытаний:

- приводят удельную интенсивность выделения каждым испытанным образцом паров отдельных органических соединений и/или ОЛОС (при необходимости) во время отбора проб газа;

g) по обеспечению/контролю качества:

- фоновое содержание определяемых ЛОС в небольшой камере,
- данные известной массы толуола и *н*-додекана, введенной, как приведено в 7.3,
- результаты отбора и анализа параллельных проб,
- результаты контроля качества данных, характеризующих параметры окружающей среды [температура, отобранный воздух или газ, расход воздуха или газа, кратность воздухо- или газообмена, влажность (при необходимости)].

12 Обеспечение качества/контроль качества

При проведении контроля качества результатов измерений необходимо выполнять процедуры обеспечения и контроля качества в соответствии с ИСО 16000-3 и ИСО 16000-6, включая следующее:

- отбирают холостые пробы в пустой небольшой камере в соответствии с 9.3.5;
- уровень холостых показаний для камеры считают приемлемым, если масса определяемых соединений не превышает 10 % от измеренной массы типичных определяемых соединений;
- эффективность десорбции ЛОС или карбонильных соединений следует проверять в соответствии с ИСО 16000-3 и ИСО 16000-6;
- эффективность улавливания можно контролировать с помощью резервных трубок или путем отбора проб меньшим объемом, чем выбранный объем;
- следует определять повторяемость методик отбора проб воздуха и их анализа. При отборе и анализе параллельных проб относительное стандартное отклонение должно быть не более 15 % (см. ИСО 16000-3 и ИСО 16000-6);

Примечание — На повторяемость испытания может влиять негомогенность испытываемого материала.

- степень извлечения углеводородов от C_6 до C_{16} с помощью сорбционных трубок должна быть не менее 95 % (см. ИСО 16000-6), а для камеры степень извлечения углеводородов от C_6 до C_{16} в идеале должна быть более 80 % (см. 7.3);
- следует вести документацию, подтверждающую прослеживаемость калибровок средств измерений по измерению температуры, относительной влажности и расхода.

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 3833	–	*
ИСО 16000-3:2011	–	*
ИСО 16000-6:2011	–	*

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. 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.

Библиография

[1] ASTM D5116 — *Standard guide for small-scale environmental chamber determinations of organic emissions from indoor materials/products*

[2] VDA 276 — Bestimmung organischer Emissionen aus Bauteilen für den Kfz-Innenraum mit einer 1 m^3-Prüfkammer [Determination of organic substances as emitted from automotive interior products using a 1 m test cabinet]

Стандарты на летучие органические соединения, приведенные в справочных целях

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

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

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

[6] 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*

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

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

[9] 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*

[10] 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

Ключевые слова: воздух, автотранспортное средство, салон, материалы отделки, материалы деталей для салона, летучие органические соединения, формальдегид, карбонильные соединения, метод определения, небольшая камера, выделение

Редактор *Л.Б. Базякина*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 13.01.2016. Подписано в печать 18.02.2016. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,98. Тираж 34 экз. Зак. 507.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» 123995 Москва, Гранатный пер., 4
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru