ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 17091— 2016

ВОЗДУХ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Определение содержания гидроксида лития, гидроксида натрия, гидроксида калия и дигидроксида кальция. Метод, основанный на измерении содержания соответствующих катионов с помощью хроматографии с подавлением ионов

(ISO 17091:2013, 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 перевода на русский язык англоязычной версии 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 25 октября 2016 г. № 1517-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 17091:2013 «Воздух рабочей зоны. Определение содержания гидроксида лития, гидроксида натрия, гидроксида калия и дигидроксида кальция. Метод, основанный на измерении содержания соответствующих катионов с помощью хроматографии с подавлением ионов» (ISO 17091:2013 «Workplace air — Determination of lithium hydroxide, sodium hydroxide, potassium hydroxide and calcium dihydroxide — Method by measurement of corresponding cations by suppressed ion chromatography», IDT).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом ТС 146/SC 2.

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

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». 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
3.1 Общие определения . . . 2
3.2 Определения гранулометрических фракций . . . 3
3.3 Отбор проб . . . 3
3.4 Анализ . . . 4
3.5 Статистика . . . 5
4 Основные принципы . . . 7
5 Требования . . . 7
6 Реактивы . . . 7
7 Оборудование . . . 8
7.1 Оборудование для отбора проб . . . 8
7.2 Лабораторное оборудование . . . 8
8 Оценка воздействия, связанного с характером рабочего процесса . . . 10
8.1 Основные положения . . . 10
8.2 Индивидуальный отбор проб . . . 10
8.3 Стационарный отбор проб . . . 10
8.4 Выбор условий и способа измерений . . . 10
9 Отбор проб . . . 11
9.1 Предварительное рассмотрение . . . 11
9.2 Подготовка к отбору проб . . . 12
9.3 Место отбора проб . . . 13
9.4 Отбор проб . . . 13
9.5 Транспортирование проб . . . 14
10 Анализ . . . 14
10.1 Приготовление анализируемых и градуировочных растворов . . . 14
10.2 Инструментальный анализ . . . 15
10.3 Оценка пределов обнаружения и количественного определения . . . 15
10.4 Контроль качества . . . 16
10.5 Неопределенность измерения . . . 17
11 Представление результатов измерений . . . 17
12 Характеристики метода . . . 17
12.1 Эффективность отбора пробы и ее хранение . . . 17
12.2 Пределы количественного определения метода . . . 18
12.3 Верхний предел рабочего диапазона измерений . . . 18
12.4 Смещение и прецизионность . . . 18
12.5 Неопределенность метода отбора и анализа проб . . . 18
12.6 Влияющие величины . . . 18

13 Протокол испытаний 18
13.1 Запись результатов измерений 18
13.2 Протокол 19
Приложение А (справочное) Поправка на температуру и давление 20
Приложение В (обязательное) Материалы фильтров 21
Приложение С (справочное) Осаждение на стенках пробоотборника 22
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам 23
Библиография 24

Введение

Здоровье работников многих отраслей промышленности подвергается риску при вдыхании воздуха, содержащего гидроксид лития, гидроксид натрия, гидроксид калия и дигидроксид кальция. Специалистам в области промышленной гигиены и охраны труда необходимо определять эффективность мероприятий, предпринимаемых для контроля вредных воздействий на работников, что обычно достигается путем определения содержания этих аэрозолей в воздухе рабочей зоны. В настоящем стандарте приведен доступный метод определения содержания гидроокиси лития, гидроокиси натрия, гидроокиси калия и дигидрокиси кальция в воздухе рабочей зоны для оценки их воздействия на работников промышленных предприятий. Метод, приведенный в настоящем стандарте, будет полезен для организаций, занимающихся охраной труда; специалистов, работающих в области промышленной гигиены и охраны труда, аналитических лабораторий, промышленных предприятий, использующих приведенные гидроокиси в своей работе, и т. д.

При разработке настоящего стандарта предполагалось, что выполнение его положений и интерпретацию полученных результатов будет осуществлять квалифицированный и опытный персонал.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВОЗДУХ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Определение содержания гидроксида лития, гидроксида натрия, гидроксида калия и дигидроксида кальция. Метод, основанный на измерении содержания соответствующих катионов с помощью хроматографии с подавлением ионов

Workplace air. Determination of lithium hydroxide, sodium hydroxide, potassium hydroxide and calcium dihydroxide. Method by measurement of corresponding cations by suppressed ion chromatography

Дата введения — 2017—12—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения усредненной по времени массовой концентрации гидроксида лития (LiOH), гидроксида натрия (NaOH), гидроксида калия (KOH) и дигидроксида кальция [$Ca(OH)_2$] в воздухе рабочей зоны, путем улавливания на фильтр и последующего анализа соответствующих катионов методом ионной хроматографии.

Метод применяют для индивидуального отбора проб вдыхаемой фракции взвешенных в воздухе частиц согласно ИСО 7708, а также для стационарного отбора проб аэрозоля (в определенной зоне).

Метод анализа применяют для определения массы лития в пробе от 0,005 до не менее 2,5 мг и массы натрия, калия и кальция в пробе от 0,01 до не менее 5 мг.

Диапазоны значений массового содержания LiOH, NaOH, KOH и $Ca(OH)_2$ в воздухе, для которых применяют методику измерений, определяют методом отбора проб, подбираемым пользователем. Для пробы воздуха объемом 1 $м^3$ диапазон измерений составляет приблизительно от 0,002 до не менее 20 $мг/м^3$ — для всех четырех гидроксидов. Для пробы воздуха объемом 30 л нижний предел рабочего диапазона составляет приблизительно 0,1 $мг/м^3$ — для всех четырех гидроксидов.

Методика измерений не дает возможности определить разницу между гидроксидами и их соответствующими солями при их совместном присутствии в воздухе. Если присутствуют катионы только в виде гидроксидов, то указанный метод позволяет определять соединения. При других обстоятельствах полученные результаты представляют максимальную концентрацию гидроксидов, которая могла бы присутствовать в пробе воздуха (см. 12.6).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты:

ISO 1042, Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks (Посуда лабораторная стеклянная. Мерные колбы с одной меткой)

ISO 7708:1995, Air quality — Particle size fraction definitions for health-related sampling (Качество воздуха. Определение гранулометрического состава частиц при санитарно-гигиеническом контроле)

ISO 8655-1, Piston-operated volumetric apparatus — Part 1: Terminology, general requirements and user Recommendations (Устройства мерные, приводимые в действие поршнем. Часть 1. Терминология, общие требования и рекомендации пользователю)

ISO 8655-2, Piston-operated volumetric apparatus — Part 2: Piston pipettes (Устройства мерные, приводимые в действие поршнем. Часть 2. Пипетки, приводимые в действие поршнем)

ISO 8655-6, Piston-operated volumetric apparatus — Part 6: Gravimetric methods for the determination of measurement error (Устройства мерные, приводимые в действие поршнем. Часть 6. Гравиметрические методы для определения погрешности измерения)

ISO 13137:2013, Workplace atmospheres. Pumps for personal sampling of chemical and biological agents. Requirements and test methods (Воздух рабочей зоны. Насосы для индивидуального отбора проб химических и биологических веществ. Требования и методы испытаний)

Издание официальное

EN 13205-1, Workplace atmospheres — Assessment of performance of instruments for measurement of airborne particle concentrations — Part 1: General requirements (Воздух рабочей зоны. Оценка рабочих характеристик приборов для измерения содержания твердых частиц. Часть 1. Общие требования)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями.

3.1 Общие определения

3.1.1

зона дыхания (breathing zone) (общее определение): Пространство вокруг лица работника, из которого поступает вдыхаемый воздух.

[ЕН 1540, статья 2.4.5, модифицированный]

3.1.2

зона дыхания (breathing zone) (техническое определение): Полусфера (обычно принимается радиус 0,3 м), расположенная перед лицом человека, с центром в середине линии, соединяющей уши; основание полусферы проходит через эту линию, темя и гортань.

Примечание — Определение не применимо, когда используют средства индивидуальной защиты органов дыхания.

[ЕН 1540, статья 2.4.5, модифицированный]

3.1.3

химическое вещество (chemical agent): Любой химический элемент или соединение, чистое или в смеси, существующее в природе или образовавшееся в результате трудовой деятельности, в том числе в качестве отходов, произведенное преднамеренно или нет, с целью продажи или нет.

[Директива совета 98/24/EC, Art. 2(d)]

3.1.4

воздействие (путем вдыхания) [exposure (by inhalation)]: Ситуация, при которой химическое вещество присутствует в воздухе, вдыхаемом человеком.

[ЕН 1540, статья 2.4.1, модифицированный]

3.1.5

предельное значение воздействия, связанное с характером трудового процесса (occupational exposure limit value): Предельное усредненное по времени содержание химического вещества в воздухе в зоне дыхания работника, отнесенное к установленному регламентированному периоду.

[Директива совета 98/24/EC, Art. 2(d)]

3.1.6

методика измерений (measuring procedure): Совокупность операций и правил отбора и анализа одного или более химического вещества, содержащегося в воздухе.

Примечание — Методика измерений для отбора проб и анализа химических веществ, содержащихся в воздухе, обычно включает в себя следующие этапы: подготовку к отбору проб, отбор проб, транспортирование и хранение, подготовку проб к анализу и анализ.

[Руководсво ИСО/МЭК 99:2007, модифицированный]

3.1.7

время непрерывной работы (operating time): Интервал времени, в течение которого насос можно использовать при заданных значениях расхода и противодавления без перезарядки или замены элемента питания.

[ИСО 13137, статья 3.12]

3.1.8

регламентированный период (reference period): Установленный период времени, к которому отнесено предельно допустимое значение массовой концентрации конкретного химического вещества.

Примечания

1 Регламентированный период обычно составляет 8 ч для долговременных измерений и 15 мин для кратковременных измерений.

2 Примерами предельных значений для различных регламентированных периодов являются предельно допустимые уровни кратковременного и долговременного воздействия, как, например, те, что установлены ACGIH [15].

[ЕН 1540, статья 2.4.7, модифицированный]

3.1.9

рабочая зона (workplace): Участок или участки, в котором(ых) осуществляется производственная деятельность.

[ЕН 1540, 2.5.2, модифицированный]

3.2 Определения гранулометрических фракций

3.2.1

норматив по вдыхаемой фракции (inhalable convention): Условная характеристика устройств для отбора проб, используемых при исследовании вдыхаемой фракции.

[ИСО 7708:1995]

3.2.2

вдыхаемая фракция (inhalable fraction): Массовая доля всех взвешенных в воздухе частиц, которые вдыхаются через нос и рот.

Примечание — Вдыхаемая фракция зависит от скорости и направления движения воздуха, интенсивности дыхания и других факторов.

[ИСО 7708:1995]

3.2.3

все взвешенные в воздухе частицы (total airborne particles): Все частицы, находящиеся в данном объеме воздуха.

Примечание — Часто невозможно измерить содержание всех взвешенных частиц из-за того, что используемые устройства для отбора проб до некоторой степени обладают селективностью к определенному размеру частиц.

[ИСО 7708:1995]

3.3 Отбор проб

3.3.1

устройство отбора проб воздуха, пробоотборник (air sampler): Устройство для отделения химических веществ от окружающего воздуха.

Примечание — Пробоотборники обычно конструируют для применения с конкретной целью, например для улавливания газов или паров или отбора твердых частиц.

[ЕН 1540:2011, статья 3.2.1, модифицированный]

3.3.2

индивидуальный пробоотборник (personal sampler): Устройство, прикрепляемое к одежде человека, при помощи которого отбирают пробы воздуха в зоне дыхания.

[ЕН 1540:2011, статья 3.2.2]

3.3.3

индивидуальный отбор проб (personal sampling): Отбор проб с использованием индивидуального пробоотборника.

[ЕН 1540:2011, статья 3.3.3]

3.3.4

стационарный пробоотборник; пробоотборник для отбора проб в определенной зоне (static sampler; area sampler): Устройство, не прикрепляемое к одежде человека, с помощью которого улавливают газы, пар или твердые частицы в конкретном месте.

[ЕН 1540:2011, статья 3.2.3]

3.3.5

стационарный отбор проб; отбор проб в определенной зоне (static sampling; area sampling): Отбор проб воздуха, осуществляемый в конкретном месте.

[ЕН 1540:2011, статья 3.3.4]

3.4 Анализ

3.4.1

анализ (analysis): Все операции, проводимые после подготовки пробы, для определения количества или массовой концентрации целевого аналита(ов).

[ЕН 14902:2005, статья 3.1.1, модифицированный]

3.4.2 **холостой раствор** (blank solution): Раствор, приготовленный на основе холостого реактива, лабораторной или холостой пробы для условий применения в соответствии с той же методикой, что используют для растворения пробы.

3.4.3

градуировочный холостой раствор (calibration blank solution): Градуировочный раствор, приготовленный без добавления рабочего стандартного раствора.

Примечание — Массовую концентрацию Li, Na, K и Ca в градуировочном холостом растворе считают равной нулю.

[ЕН 14902:2005, статья 3.1.3, модифицированный]

3.4.4

градуировочный раствор (calibration solution): Раствор, приготовленный путем растворения рабочего стандартного раствора, с массовой концентрацией Li, Na, K и Ca, подходящей для градуировки аналитического прибора.

[ЕН 14902:2005, статья 3.1.3, модифицированный]

3.4.5 **холостая проба** (field blank): Фильтр, который подвергают той же обработке, что и фильтр для отбора реальной пробы, за исключением самого отбора пробы, т. е. его устанавливают в пробоотборник, транспортируют к месту отбора проб и затем возвращают в лабораторию для анализа.

3.4.6 **лабораторная холостая проба** (laboratory blank): Чистый фильтр, из той же партии, что и фильтры для отбора реальных проб, но не покидавший лаборатории.

3.4.7 **линейный динамический диапазон** (linear dynamic range): Диапазон значений массовой концентрации Li, Na, K и Ca, в котором градуировочная характеристика линейна.

Примечание — Нижняя граница линейного динамического диапазона определяется пределом обнаружения, верхняя — началом изгиба градуировочной характеристики.

3.4.8 **холостой реактив** (reagent blank): Раствор, содержащий все реактивы, используемые для растворения пробы, в тех же количествах, что при приготовлении растворов лабораторной холостой пробы, холостой пробы для условий применения, а также растворов проб.

3.4.9

растворение пробы (sample dissolution): Процесс получения раствора, содержащего гидроксид-ионы, присутствующие в пробе, результатом которого может быть как полное, так и частичное растворение пробы.

[ЕН 14902:2005, статья 3.1.25, модифицированный]

3.4.10

подготовка пробы (sample preparation): Все операции, проводимые с пробой после транспортирования и хранения, включая перевод пробы в состояние, в котором она пригодна для проведения количественного анализа, если это необходимо.

[ЕН 14902:2005, статья 3.1.24, модифицированный]

3.4.11

раствор пробы (sample solution): Раствор, приготовленный путем растворения пробы.

Примечание — Могут потребоваться дополнительные операции с раствором пробы, например разбавление, для получения пригодного для анализа раствора.

[ЕН 14902:2005, статья 3.1.22, модифицированный]

3.4.12

исходный стандартный раствор (stock standard solution): Раствор, используемый для приготовления градуировочных растворов с аттестованным содержанием Li, Na, K и Ca и прослеживаемый к национальным эталонам.

[ЕН 14902:2005, статья 3.1.26, модифицированный]

3.4.13

анализируемый раствор (test solution): Холостой раствор или раствор пробы, подвергнутый всем операциям, необходимым для его перевода в состояние, пригодное для анализа.

Примечание — Понятие «пригодный для анализа» предусматривает любые требуемые разбавления. Если холостой раствор или раствор пробы не подвергают каким-либо дополнительным операциям перед анализом, то это — анализируемый раствор.

[ЕН 14902:2005, статья 3.1.30, модифицированный]

3.4.14

рабочий стандартный раствор (working standard solution): Раствор, приготовленный путем разбавления исходного(ых) стандартного(ых) раствора(ов), с массовой концентрацией Li, Na, K и Ca, более соответствующей требованиям к приготовлению градуировочных растворов, чем массовая концентрация Li, Na, K и Ca в исходном(ых) стандартном(ых) растворе(ах).

[ЕН 14902:2005, статья 3.1.32, модифицированный]

3.5 Статистика

3.5.1

аналитическое извлечение (analytical recovery): Отношение измеренной массы аналита пробы к известной массе аналита в этой пробе.

Примечание — Аналитическое извлечение обычно приводят в процентах.

[ЕН 1540:2011, статья 5.1.1]

3.5.2

смещение (bias): Разница между математическим ожиданием результатов испытаний или измерений и истинным значением.

Примечания

1 Смещение является общей систематической погрешностью в противоположность случайной. Оно может состоять из одного или более компонентов, образующих систематическую погрешность. Большая систематическая разница от истинного значения соответствует большему значению смещения.

2 Смещение измерительного прибора обычно оценивают усреднением погрешности показания соответствующего количества повторяющихся измерений. Погрешность вычисляется как разность между показанием измерительного прибора и истинным значением соответствующей входной величины.

3 На практике принятое исходное значение заменяют истинным значением.

4 В случае методик измерения для отбора проб и анализа химических веществ в воздухе принятое исходное значение может быть, например, паспортным значением эталонного вещества, массовой концентрацией или искомым значением межлабораторного сличения.

[ИСО 3534-2:2006, статья 3.3.2]

3.5.3

коэффициент охвата *k* (coverage factor *k*): Числовой коэффициент, используемый как множитель для суммарной стандартной неопределенности при вычислении расширенной неопределенности.

Примечание — Коэффициент охвата *k* обычно составляет от 2 до 3.

[Руководство ИСО/МЭК 98-3:2008]

3.5.4

суммарная стандартная неопределенность u_c (combined standard uncertainty u_c): Стандартная неопределенность результата измерения, полученного на основе значений других величин, равная положительному квадратному корню из суммы членов, которыми могут быть дисперсии или ковариации этих других величин, взятые с весами, характеризующими изменение результата измерений под воздействием изменений этих величин.

[Руководство ИСО/МЭК 98-3:2008]

3.5.5

расширенная неопределенность (expanded uncertainty): Величина, определяющая интервал вокруг результата измерения, в котором, можно ожидать, находится большая часть значений распределения, которые с достаточным основанием могут быть приписаны измеряемой величине.

[Руководство ИСО/МЭК 98-3:2008]

3.5.6

прецизионность (precision): Степень близости друг к другу независимых результатов измерений/испытаний, полученных в конкретных регламентированных условиях.

Примечания

1 Прецизионность зависит только от распределения случайных погрешностей и не имеет отношения к истинному значению или установленному значению измеряемой величины.

2 Меру прецизионности обычно выражают в единицах неточности и вычисляют как стандартное отклонение результатов испытаний или результатов измерений. Меньшая прецизионность соответствует большему стандартному отклонению.

3 Количественные значения прецизионности существенно зависят от регламентированных условий. Крайними случаями совокупностей таких условий являются условия повторяемости и условия воспроизводимости.

[ИСО 3534-2:2006, статья 3.3.4]

3.5.7

истинное значение (true value): Значение, которое характеризует качественную или количественную характеристику, точно определенную при тех условиях, при которых ее рассматривают.

Примечание — Истинное значение качественной или количественной характеристики величины представляет собой теоретическое понятие и, в общем случае, оно не может быть известно точно.

[ИСО 3534-2:2006, статья 3.2.5]

3.5.8

неопределенность (измерения) (uncertainty <of measurement>): Параметр, связанный с результатом измерения, характеризующий рассеяние значений, которые могли быть обоснованно приписаны измеряемой величине.

Примечания

1 В качестве параметра может выступать, например, стандартное отклонение (или кратное ему) или ширина доверительного интервала.

2 Неопределенность измерения в общем виде включает в себя множество составляющих. Некоторые из них могут быть оценены, исходя из статистического распределения результатов ряда измерений, и охарактеризованы через стандартные отклонения. Другие составляющие, которые также могут быть охарактеризованы через стандартные отклонения, оценивают, исходя из предполагаемых распределений вероятностей, основанных на опыте или другой информации. В руководстве ИСО/МЭК 98-3 [4] эти два случая рассмотрены как оценивание неопределенности типа А и типа В, соответственно.

[Руководство ИСО/МЭК 99:2007, модифицированный]

4 Основные принципы

4.1 Известный объем воздуха пропускают через предварительный фильтр и затем через фильтр пробоотборника (см. 7.1.1), предназначенный для отбора вдыхаемой фракции частиц для улавливания LiOH, NaOH, KOH и $Ca(OH)_2$.

4.2 Частицы с фильтра экстрагируют водой в раствор элюента (см. 6.3 и 10.1.1) без нагрева для растворения частиц гидроксидов.

4.3 Аликвоты раствора пробы анализируют методом ионной хроматографии для разделения экстрагированных Li, Na, K и Ca и других катионов. После разделения определяют содержание Li, Na, K и Ca с помощью детектора по удельной электропроводности.

4.4 Результаты анализа получают по графику зависимости электропроводности от содержания целевого компонента. Они могут быть использованы для оценки воздействия LiOH, NaOH, KOH и $Ca(OH)_2$, находящихся в воздухе.

5 Требования

Методика измерений должна соответствовать любому действующему международному, европейскому или национальному стандарту, в котором установлены требования к методикам измерений содержания химических веществ в воздухе рабочей зоны (например, EH 482 [9]).

6 Реактивы

При проведении анализа используют только химические реактивы с известной квалификацией чистоты и воду только в соответствии с 6.1.

Примечание — Na, K, и Ca присутствуют повсеместно в окружающей среде, и их наличие в реактивах может привести к их высокому содержанию в холостых пробах. Поэтому рекомендовано проверять чистоту всех химических реактивов перед их использованием.

6.1 Вода, полученная с помощью системы очистки, с удельным электрическим сопротивлением не менее 0,18 Мом · м (обычно выражаемым изготовителями систем очистки воды 18 Мом · см).

6.2 Серная кислота (H_2SO_4), раствор 2,5 моль/л.

Примечание — Может быть использован доступный коммерчески раствор серной кислоты или может быть приготовлен раствор с концентрацией 2,5 моль/л из концентрированной серной кислоты.

6.3 Серная кислота (H_2SO_4), раствор 0,0045 моль/л, для использования в качестве растворителя для элюирования и для экстракции фильтров после отбора проб (см. 10.1.3).

Переносят 1,8 $см^3$ 2,5 моль/л раствора серной кислоты (см. 6.2) в мерную колбу с одной меткой вместимостью 1000 $см^3$ (7.2.2), доводят водой до метки, закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

6.4 Картридж для системы получения элюента для ионной хроматографии с химическим подавлением, пригодный для использования с системой получения элюента (см. 7.2.6.2).

6.5 Стандартные растворы

6.5.1 Исходный стандартный раствор лития

Используют серийно выпускаемый стандартный раствор с аттестованным значением массовой концентрации, например 1000 мг/л литий-ионов, прослеживаемым к национальным стандартам. Проверяют срок годности или срок хранения раствора.

6.5.2 Исходный стандартный раствор натрия

Используют серийно выпускаемый стандартный раствор с аттестованным значением массовой концентрации, например 1000 мг/л натрий-ионов, прослеживаемым к национальным стандартам. Проверяют срок годности или срок хранения раствора.

6.5.3 Исходный стандартный раствор калия

Используют серийно выпускаемый стандартный раствор с аттестованным значением массовой концентрации, например 1000 мг/л калий-ионов, прослеживаемым к национальным стандартам. Проверяют срок годности или срок хранения раствора.

6.5.4 Исходный стандартный раствор кальция

Используют серийно выпускаемый стандартный раствор с аттестованным значением массовой концентрации, например 1000 мг/л кальций-ионов, прослеживаемым к национальным стандартам. Проверяют срок годности или срок хранения раствора.

6.5.5 Рабочий стандартный раствор катионов, 25 мг/л для Li, 50 мг/л для Na, K и Ca.

Аккуратно пипеткой переносят соответствующий объем, например 0,5 $см^3$, исходного стандартного раствора лития (см. 6.5.1) и 1,0 $см^3$ исходных стандартных растворов натрия, калия, кальция (6.5.2—6.5.4) в мерную пластиковую колбу с одной меткой вместимостью 20 $см^3$ (7.2.3.1), доводят до метки водой (см. 6.1), закрывают пробкой и тщательно перемешивают. Свежий раствор готовят каждый месяц.

7 Оборудование

7.1 Оборудование для отбора проб

7.1.1 Пробоотборники, предназначенные для улавливания вдыхаемой фракции частиц в воздухе, соответствующие ЕН 13205, изготовленные из материала, не взаимодействующего с щелочными гидроксидами.

Примечания

1 Если пробоотборники имеют внутренний кассетный фильтр, то он также должен быть изготовлен из материала, не взаимодействующего с гидроксидами.

2 К материалам, не реагирующим с щелочными гидроксидами, из которых могут быть изготовлены пробоотборники и внутренние кассетные фильтры, относят политетрафторэтилен (ПТФЭ) и другие фторированные полимеры, поливинилхлорид (ПВХ), полиэтилен, полипропилен и поликарбонат.

7.1.2 Фильтры подходящего диаметра для использования в пробоотборниках (см. 7.1.1) с эффективностью улавливания ≥ 99,5 % для частиц с диффузионным диаметром 0,3 мкм (см. ИСО 7708, пункт 2.2), изготовленные из материала, не реагирующего со щелочными гидроксидами, например кварцевого волокна.

Примечание — Na, K и Ca присутствуют повсеместно в окружающей среде, и их наличие в материалах фильтра может привести к их высокому содержанию в холостых пробах. Поэтому необходимо проверять чистоту всех фильтров перед их использованием.

7.1.3 Насосы для отбора проб, соответствующие требованиям ИСО 13137 и обеспечивающие поддержание выбранного расхода (см. 9.1.1.2) в пределах ±5 % номинального значения в течение всего периода отбора проб (см. 9.1.2).

7.1.4 Расходомер портативный с погрешностью измерения объемного расхода (см. 9.1.1.2) в пределах ±5 %.

Градуировка расходомера должна быть проверена по рабочему эталону, т. е. по расходомеру, точность которого прослеживается к национальному эталону. Если необходимо (см. 9.1.3), регистрируют температуру и атмосферное давление, при которых проводили проверку градуировки.

Рекомендуется использовать расходомер с погрешностью измерения объемного расхода в пределах ±2 % или лучше.

7.1.5 Вспомогательное оборудование

7.1.5.1 Гибкие шланги подходящего диаметра для обеспечения герметичного соединения насоса (см. 7.1.3) с пробоотборниками (см. 7.1.1).

7.1.5.2 Пояса или ремни, с помощью которых можно удобно фиксировать насос для индивидуального отбора проб (за исключением тех случаев, когда они достаточно малы и помещаются в кармане работника).

7.1.5.3 Пинцет, изготовленный из ПТФЭ или с наконечниками из ПТФЭ, для установки и выемки фильтров из пробоотборников (см. 9.2.2 и 10.1.3.1).

7.1.5.4 Термометр со шкалой измерения от 0 °С до 50 °С, с ценой деления не более 1 °С, для измерения температуры окружающей среды, используемый при необходимости (см. 9.1.3).

В случае применения при температуре ниже нуля следует использовать термометр с соответствующим диапазоном измерений.

7.1.5.5 Барометр для измерения атмосферного давления, используемый при необходимости (см. 9.1.3).

7.2 Лабораторное оборудование

Используют обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее.

Примечания

1 Предпочтительно использование одноразовой пластиковой лабораторной посуды вместо стеклянной.

2 Na, K, и Ca присутствуют повсеместно в окружающей среде. Это может привести к завышенным значениям в холостых пробах, поэтому особенно важно следить за тем, чтобы одноразовая пластиковая лабораторная посуда проверялась на предмет загрязнения Na, K и Ca, а многократно используемое лабораторное оборудование тщательно очищалось перед каждым повторным использованием.

7.2.1 Одноразовые перчатки, непромокаемые, для защиты рук от контакта с ядовитыми и агрессивными веществами.

Подходящими являются перчатки из ПВХ.

7.2.2 Стеклянная лабораторная посуда, мензурки и мерные колбы с одной меткой подходящих объемов, вместимостью от 100 до 1000 $см^3$, соответствующие требованиям ИСО 1042, изготовленные из боросиликатного стекла соответствующие требованиям ИСО 3585, очищенные водой (см. 6.1) перед использованием.

В качестве альтернативы стеклянная посуда может быть очищена с применением соответствующих моющих средств с использованием лабораторной моющей машины и последующим тщательным ополаскиванием водой.

7.2.3 Пластиковая лабораторная посуда

7.2.3.1 Мерные колбы с одной меткой вместимостью от 10 $см^3$ до 1 л.

7.2.3.2 Полиэтиленовые сосуды, одноразовые с завинчивающейся крышкой, например 10 $см^3$.

7.2.3.3 Лабораторные стаканы подходящей вместимости, например 50 $см^3$.

7.2.3.4 Градуированные пробирки для центрифуги подходящей вместимости с крышками, например 10 $см^3$.

7.2.3.5 Воронки для фильтрования (фильтр-воронки) подходящего размера для использования при переносе смывов с внутренних поверхностей пробоотборника (см. 7.1.1) в пробирку.

7.2.3.6 Одноразовые фильтры из ПТФЭ с размером пор 0,45 мкм для использования в ионной хроматографии.

7.2.3.7 Одноразовые шприцы подходящей вместимости, например от 2 или 5 $см^3$, с иглами для использования с одноразовыми фильтрами.

7.2.3.8 Виалы для автоматического пробоотборного устройства подходящей вместимости, например от 1,5 до 2 $см^3$.

7.2.4 Плунжерные объемно-дозирующие устройства, соответствующие требованиям ИСО 8655-1 и испытанные в соответствии с ИСО 8655-6, в том числе автоматические пипетки вместимостью от 10 мкл до 5 $см^3$, соответствующие требованиям ИСО 8655-2, для приготовления стандартных и градуировочных растворов и разбавления проб.

7.2.5 Ультразвуковая ванна, предпочтительно с таймером, пригодная для использования при экстракции гидроксидов.

7.2.6 Ионный хроматограф с компонентами, перечисленными в 7.2.6.1—7.2.6.9. Компоненты и гибкие шланги, находящиеся в контакте с раствором пробы или элюентом, должны, по возможности, быть изготовлены из инертных материалов, например полиэфирэфиркетона (ПЭЭК).

7.2.6.1 Насос, обеспечивающий постоянный расход жидкости в диапазоне от 0,1 до 5 $см^3$/мин при давлении от 15 до 150 МПа.

7.2.6.2 Система получения элюента, подходящего для использования с выбранной разделительной колонкой (см. 7.2.6.5), (см., например, [20]).

7.2.6.3 Система ввода проб, имеющая небольшой мертвый объем и металлический кран с электронным управлением, снабженная дозирующей петлей вместимостью до 500 мкл, для введения раствора пробы в поток элюента.

7.2.6.4 Защитная колонка, размещенная перед разделительной колонкой (см. 7.2.6.5), для ее защиты от загрязнения твердыми частицами или взаимодействия с сильно адсорбирующимися органическими соединениями, находящимися в растворе пробы.

7.2.6.5 Разделительная колонка.

Разделительная колонка для ионной хроматографии с химическим подавлением, заполненная высокоемкой пелликулярной катионообменной смолой, подходящей для отделения Li, Na, K, Ca от других катионов.

Разделительная колонка для ионной хроматографии с электронным подавлением, заполненная высокоемкой пелликулярной катионообменной смолой, подходящей для отделения Li, Na, K, Ca от других катионов.

7.2.6.6 Модуль подавления для ионной хроматографии с химическим подавлением, подходящий для использования с разделительной колонкой (см. 7.2.6.5).

7.2.6.7 Детектор электропроводности проточного типа с ячейкой небольшого объема, с неметаллическим путем потока.

Примечание — Детектор электропроводности может быть использован в ионной хроматографии как с химическим, так и с электронным подавлением.

7.2.6.8 Регистратор данных, интегратор или компьютер, совместимый с выходным сигналом детектора, обеспечивающий регистрацию отклика детектора как функцию времени, для измерения высоты или площади пиков.

Рекомендуют использовать автоматическую систему регистрации данных.

7.2.6.9 Емкость для элюента, представляющая собой сосуд, подходящий для хранения элюента или воды, используемой для получения элюента (см. 7.2.6.2).

7.2.7 pH-метр.

8 Оценка воздействия, связанного с характером рабочего процесса

8.1 Основные положения

Положения настоящего стандарта относят к индивидуальному и стационарному отборам проб. Положения по разработке методик оценки и выполнения измерений приведены в соответствующих международных, европейских или национальных стандартах (например EH 482 [9], EH 689 [10], ASTM E 1370 [7]).

8.2 Индивидуальный отбор проб

Воздействие LiOH, NaOH, KOH и $Ca(OH)_2$ на работников обычно определяют путем индивидуального отбора проб, т. к. содержание LiOH, NaOH, KOH и $Ca(OH)_2$ в зоне дыхания может отличаться от их фонового содержания в воздухе рабочей зоны.

8.3 Стационарный отбор проб

Стационарный отбор проб проводят при необходимости для оценки воздействия на работников в ситуациях, когда невозможно провести индивидуальный отбор проб (в качестве примера такой ситуации см. примечание к 9.1.2.1); для оценки фонового содержания LiOH, NaOH, KOH и $Ca(OH)_2$ в воздухе рабочей зоны, с целью определения эффективности вентиляции или для получения информации относительно местоположения и интенсивности источника выделения.

8.4 Выбор условий и способа измерений

8.4.1 Общие положения

8.4.1.1 Пробы следует отбирать таким образом, чтобы не нарушать производственную деятельность работника и обеспечить получение в нормальных рабочих условиях представительных проб, совместимых с методом анализа.

8.4.1.2 При выборе способа отбора проб следует принимать во внимание практические вопросы, такие как особенность цели измерений, периодичность и продолжительность специфической трудовой деятельности.

8.4.2 Скрининговые измерения для определения изменчивости массовой концентрации во времени и/или пространстве

Скрининговые определения изменений массовой концентрации во времени и пространстве проводят для:

- получения информации о вероятном профиле массовой концентрации химических веществ;
- идентификации мест и периодов с повышенным воздействием при измерениях;
- получения информации о местоположении и интенсивности источника выделения;
- оценки эффективности вентиляции или других технических средств.

8.4.3 Скрининговые измерения усредненной по времени массовой концентрации и измерения в наихудшем случае

8.4.3.1 Скрининговые измерения усредненной по времени массовой концентрации могут быть проведены для получения приблизительной информации об уровне воздействия, на основании которой делают вывод о существовании и серьезности проблемы. Их также можно использовать для определе-

ния того, является ли воздействие значительно ниже или значительно выше предельно допустимого значения.

8.4.3.2 Скрининговые измерения усредненной по времени массовой концентрации обычно проводят на начальных стадиях наблюдений для оценки эффективности мер контроля. Отбор проб может быть проведен во время характерных рабочих операций, для получения четкой информации об уровне и профиле воздействия, либо его можно проводить в наихудшем случае.

Примечание — Результаты скринингового измерения усредненной по времени массовой концентрации позволяют четко идентифицировать рабочие операции, во время которых происходит максимальное воздействие, такие измерения обычно называют «измерениями в наихудшем случае».

8.4.4 Измерения вблизи источника выбросов

Измерения вблизи источника выбросов проводят для получения информации относительно его местоположения и интенсивности. Совместно с другой информацией они могут способствовать исключению предполагаемого источника загрязняющих веществ, как вносящего существенный вклад в общее воздействие.

8.4.5 Измерения для сравнения с предельно допустимыми значениями и периодическими измерениями

8.4.5.1 Измерения для сравнения с предельно допустимыми значениями.

Измерения для сравнения с предельно допустимыми значениями проводят для получения точной и достоверной информации или прогнозирования усредненной по времени массовой концентрации определенного химического вещества во вдыхаемом воздухе (см. ЕН 482 [9]).

При проведении измерений для сравнения с предельно допустимыми значениями, установленными для кратковременного воздействия, время отбора проб должно по возможности максимально соответствовать регламентированному периоду, составляющему обычно 15 мин.

При проведении измерений для сравнения с предельно допустимыми значениями, установленными для долговременного воздействия, пробы отбирают в течение всей рабочей смены, если это практически осуществимо, либо в течение нескольких характерных рабочих операций (формула для вычисления минимальной продолжительности отбора проб приведена в 9.1.2.1).

Примечание — Наиболее точную оценку долговременного воздействия получают при отборе проб в течение всей рабочей смены, однако часто это бывает практически неосуществимо (например, из-за возможной перегрузки фильтра).

8.4.5.2 Периодические измерения

Периодические измерения выполняют для определения того, изменились ли условия после проведения измерений, для сравнения с предельно допустимыми значениями или для определения того, что меры контроля остаются эффективными.

9 Отбор проб

9.1 Предварительное рассмотрение

9.1.1 Выбор и использование пробоотборников

9.1.1.1 Выбирают пробоотборники (см. 7.1.1), предназначенные для улавливания вдыхаемой фракции частиц в воздухе, как приведено в ИСО 7708, изготовленные из материала, не взаимодействующего с LiOH, NaOH, KOH и $Ca(OH)_2$.

По возможности выбираемые пробоотборники должны быть изготовлены из токопроводящего материала, поскольку пробоотборники, изготовленные из непроводящего материала, имеют электростатические свойства, которые могут оказать влияние на представительность отбора проб.

9.1.1.2 Используют пробоотборники при скорости потока, установленной в соответствии с инструкциями изготовителя.

9.1.2 Период отбора проб

9.1.2.1 Период отбора проб выбирают в соответствии с целью измерений (см. 8.4) так, чтобы обеспечить, что он будет достаточным для определения LiOH, NaOH, KOH и $Ca(OH)_2$ с допустимой неопределенностью (см. 3.5.8) при уровне значимости, принятой в области промышленной гигиены. Например, вычисляют минимальный период отбора проб, необходимый для обеспечения отбора количества LiOH, NaOH, KOH и $Ca(OH)_2$, превышающего нижний предел диапазона измерений метода анализа, когда их

массовая концентрация в исследуемом воздухе соответствует кратному числу ее предельно допустимого значения, по формуле

$$t_{min} = \frac{m_{lower}}{q_V \cdot F \cdot \rho_{LV}},$$

где t_{min} — минимальное время отбора проб, мин;

m_{lower} — нижний предел диапазона измерений метода анализа, мкг;

q_V — заданный расход воздуха в пробоотборнике, л/мин;

F — соответствующее кратное предельно допустимое значение (например, 0,1 для усредненного по времени 8 ч предельно допустимого значения или 0,5 для краткосрочного предельно допустимого значения);

ρ_{LV} — предельно допустимое значение массовой концентрации, мг/м^3.

Примечание — Если минимального периода отбора проб недостаточно для отбора количества вещества, необходимого в соответствии с заданной целью измерений, то устанавливают более высокий расход через пробоотборник.

9.1.2.2 При ожидаемом высоком содержании твердых частиц в воздухе выбирают период отбора проб, исключающий возможность перегрузки фильтра твердыми частицами.

9.1.3 Влияние температуры и давления

9.1.3.1 Влияние температуры и давления на измерение расхода

Ссылаются на инструкции производителя для того, чтобы определить, зависит ли измеренное расходомером (см. 7.1.4) значение объемного расхода от температуры и давления. Если различие между температурой окружающей среды и атмосферным давлением во время градуировки расходомера и во время отбора проб достаточно большое и может привести к погрешности измерения расхода, превышающей ±5 %, то необходимо введение поправки. Для этого измеряют и записывают температуру окружающей среды и атмосферное давление, при которых была проверена градуировка расходомера (см. 7.1.4), и температуру окружающей среды и атмосферное давление в начале и конце периода отбора проб (см. 9.4.1 и 9.4.2).

Примечание — Пример введения поправки на температуру и давление в показания расходомера постоянного перепада давления с переменной площадью сечения приведен в А.1.

9.1.3.2 Представление результатов измерений

Устанавливают, необходимо ли приведение содержания LiOH, NaOH, KOH и $Ca(OH)_2$ в воздухе к стандартным условиям (см. ИСО 8756 [2]). Если такая необходимость существует, то измеряют и записывают атмосферное давление и температуру окружающей среды в начале и по окончании периода отбора проб (см. 9.4.1 и 9.4.2) и вводят необходимую поправку, вычисленную по формуле (А.1).

Примечание — Массовую концентрацию LiOH, NaOH, KOH и $Ca(OH)_2$ в воздухе обычно определяют при реальных условиях окружающей среды (температуре и давлении) в рабочей зоне.

9.1.4 Обработка проб

Для снижения риска повреждения или загрязнения обработанных фильтров (см. 7.1.2.), работают только с помощью пинцета (см. 7.1.5.3), в чистом помещении, с минимальным содержанием Li, Na, K и Ca в воздухе.

9.2 Подготовка к отбору проб

9.2.1 Очистка пробоотборников

Перед использованием все пробоотборники (см. 7.1.1) очищают, за исключением тех случаев, когда используют одноразовые картриджи для отбора проб. Разбирают пробоотборники, выдерживают в растворе моющего средства, тщательно промывают водой, вытирают впитывающей тканью и дают окончательно высохнуть перед сборкой. В качестве альтернативы используют лабораторную моющую машину.

9.2.2 Установка фильтров в пробоотборники

В каждый чистый пробоотборник (см. 9.2.1) вставляют подходящий фильтр отбора проб (см. 7.1.2) и далее маркируют каждый пробоотборник уникальным способом, чтобы его можно было идентифицировать, и герметично закрывают защитной крышкой или заглушкой для предотвращения загрязнения.

9.2.3 Установка объемного расхода

Установку объемного расхода осуществляют в чистом помещении, с минимальным содержанием Li, Na, K и Ca.

Соединяют каждый пробоотборник с установленным фильтром (см. 9.2.2) с насосом (см. 7.1.3), используя гибкий шланг (см. 7.1.5.1), и проверяют на отсутствие утечек. С каждого пробоотборника снимают защитную крышку или вынимают пробку, включают насос, подсоединяют расходомер (см. 7.1.4) к входному(ым) отверстию(ям) пробоотборника и устанавливают требуемый объемный расход (см. 9.1.1.2). Выключают насос и закрывают пробоотборник крышкой или пробкой для предотвращения попадания загрязняющих веществ при транспортировании к месту отбора проб.

При необходимости перед установкой объемного расхода дают насосу выйти на рабочий режим.

9.2.4 Холостые пробы

При отборе холостой пробы используют один чистый пробоотборник из каждой подготовленной серии, состоящей из 10 пробоотборников, общее число холостых проб должно быть не менее трех. Обращаются с этими пробоотборниками так же как с пробоотборниками для отбора проб относительно транспортирования и хранения, но не прокачивают воздух через фильтр.

9.3 Место отбора проб

9.3.1 Индивидуальный отбор проб

9.3.1.1 Пробоотборник размещают в зоне дыхания работника так близко к его рту и носу, насколько это практически осуществимо, например, прикрепляют к воротнику. Насос закрепляют на одежде работника таким образом, чтобы он не мешал его производственной деятельности, например с помощью поясничного ремня (см. 7.1.5.2) или помещают его в карман.

9.3.1.2 Рассматривают, влияет ли характер рабочего процесса на различие между фактическим воздействием LiOH, NaOH, KOH и $Ca(OH)_2$ на работника, которое определяют при помощи пробоотборника, прикрепленного к воротнику, и их содержанием в воздухе. При необходимости принимают специальные меры, чтобы прикрепить пробоотборник максимально близко к носу и рту работника.

9.3.2 Стационарный отбор проб

9.3.2.1 Если стационарный отбор проб проводят для оценки воздействия на работника в случае, когда индивидуальный отбор проб невозможен, то пробоотборник размещают в непосредственной близости от работника на высоте его дыхания. Если есть вопросы, то место отбора проб выбирают в точке, где риск воздействия наибольший.

9.3.2.2 Если стационарный отбор проб проводят для оценки фонового содержания Li, Na, K и Ca в рабочей зоне, то выбирают место отбора проб достаточно удаленное от рабочих процессов, чтобы Li, Na, K и Ca от источников выделения не оказывали непосредственного влияния на результаты измерений.

9.4 Отбор проб

9.4.1 Если все подготовлено к отбору проб, то с пробоотборника снимают защитную крышку или вынимают пробку и включают насос. Регистрируют значения времени и объемного расхода в начале отбора проб. Если насос оснащен интегральным таймером, то проверяют установку нуля. При необходимости (см. 9.1.3) измеряют температуру окружающей среды и атмосферное давление в начале отбора проб при помощи термометра (см.7 .1.5.4) и барометра (см. 7.1.5.5) и записывают полученные значения.

Примечание — Если температура и давление в месте отбора проб отличаются от температуры и давления при установке объемного расхода (см. 9.2.3), то объемный расход может измениться и потребуется переустановка расхода перед началом отбора проб.

9.4.2 По окончании периода отбора проб (см. 9.1.2) регистрируют время и вычисляют продолжительность отбора проб. Проверяют показания индикатора неисправностей и/или интегрального таймера при его наличии и, если очевидно, что насос не работал должным образом в течение всего периода отбора проб, то пробу бракуют. Измеряют объемный расход по окончании отбора проб при помощи расходомера (см. 7.1.4) и записывают полученное значение. При необходимости (см. 9.1.3) по окончании отбора проб измеряют температуру окружающей среды и атмосферное давление при помощи термометра (см. 7.1.5.4) и барометра (см. 7.1.5.5) и записывают полученные значения.

9.4.3 Регистрируют все необходимые данные о пробе и процессе отбора проб (см. [13]). Вычисляют средний объемный расход путем усреднения значений объемного расхода в начале и конце отбора проб и, при необходимости (см. 9.1.3), вычисляют средние значения температуры окружающей среды и атмосферного давления. Вычисляют объем отобранного воздуха в литрах при температуре окружающей среды и атмосферном давлении путем умножения среднего значения расхода, в литрах в минуту, на продолжительность отбора проб в минутах.

9.5 Транспортирование проб

9.5.1 Пробоотборники с внутренним кассетным фильтром

Для пробоотборников с внутренним кассетным фильтром, из каждого пробоотборника вынимают кассетный фильтр и закрывают его крышкой или зажимом для транспортирования.

9.5.2 Одноразовые пробоотборники кассетного типа

Если пробы отобраны в одноразовые пробоотборники кассетного типа, то их транспортируют в лабораторию в этих пробоотборниках.

9.5.3 Транспортирование проб в лабораторию

9.5.3.1 Для предотвращения повреждения пробы транспортируют в лабораторию (см. 9.5.1, 9.5.2) в маркированном контейнере, предназначенном для перевозки проб.

9.5.3.2 Гарантируют, что сопроводительная документация к пробам пригодна для установления последовательности действий по обеспечению сохранности проб (например, см. ASTM D 4840 [8]).

10 Анализ

Предупреждение — При проведении анализа используют подходящие средства индивидуальной защиты (в том числе, подходящие перчатки, защитную маску или очки).

10.1 Приготовление анализируемых и градуировочных растворов

10.1.1 Выбор метода приготовления проб

Определяют, что использовать в качестве растворителя для приготовления анализируемых растворов для определения LiOH, NaOH, KOH и $Ca(OH)_2$ в зависимости от методики анализа и типа используемой разделительной колонки: воду (см. 6.1) или элюент. Дальнейшие руководящие указания см., например, в [20].

10.1.2 Действие, для отбора частиц со стенок пробоотборника

До открытия транспортируемого кассетного фильтра или пробоотборника необходимо рассмотреть возможность того, что во время отбора проб частицы могут оседать на внутренних стенках кассетного фильтра или пробоотборника, и действия, которые могут потребоваться для включения их в пробу. Дополнительная информация приведена в приложении С.

10.1.3 Приготовление анализируемых растворов

10.1.3.1 Открывают кассетные фильтры или пробоотборники (см. 9.5) и переносят фильтр для отбора проб в отдельный маркированный сосуд с навинчивающейся крышкой (см. 7.2.3.2) или лабораторный стакан (см. 7.2.3.3 или 7.2.2) с помощью чистого пинцета (см. 7.1.5.3), следя за тем, чтобы сторона фильтра с отобранной пробой была обращена вверх. Аналогичным образом обращаются с холостыми фильтрами (см. 9.2.4).

Примечание — Возможно выполнить экстракцию в пробоотборниках кассетного типа, если они имеют достаточную мощность и водонепроницаемы, когда выходное отверстие для пробы закрыто защитными заглушками. В этом случае раствор для экстракции (см. 10.1.3.2) должен быть прибавлен к пробоотборнику через входное отверстие для воздуха, а сами пробоотборники удерживают в вертикальном положении во время обработки их в ультразвуковой ванне (см. 10.1.3.3) для предотвращения выплескивания и загрязнения раствора пробы.

10.1.3.2 Аккуратно пипеткой добавляют 10 $см^3$ воды (см. 6.1) или элюента (см. 6.3) в каждый лабораторный стакан или сосуд с навинчивающейся крышкой. Если используемый пробоотборник был такого типа, что осевшие на его внутренних поверхностях твердые частицы являются частью пробы (см. С.2), то используют воду или элюент для тщательного вымывания любых частиц, осевших на внутренних поверхностях пробоотборника, в лабораторный стакан. В случае фильтров из ПТФЭ добавляют 0,1 $см^3$ этилового спирта из-за гидрофобных свойств этих фильтров.

10.1.3.3 Осторожно вращают стаканы для перемешивания их содержимого, следя за тем, чтобы при этом фильтры оставались полностью погруженными в жидкость. Обрабатывают стаканы в ультразвуковой ванне (см. 7.2.5) в течение 15 мин, а затем оставляют погруженными на 1 ч при комнатной температуре, периодически вращая и встряхивая.

10.1.3.4 Фильтруют каждый раствор пробы через фильтр из ПТФЭ (см. 7.2.3.6), например с использованием одноразового шприца (см. 7.2.3.7), помещая каждый фильтрат в отдельную маркированную виалу для автоматического пробоотборного устройства хроматографа (см. 7.2.3.8).

10.1.4 Приготовление градуировочных растворов

Приготовляют, как минимум пять градуировочных растворов со значениями массовой концентрации в диапазоне, например от 0,3 до 3 мг/л для Li, от 0,6 до 6 мг/л для Na, K, и Ca. Аккуратно пипеткой переносят соответствующий объем рабочего стандартного раствора (см. 6.5.5) в отдельные маркированные мерные колбы с одной меткой (см. 7.2.3.1 или 7.2.2) или откалиброванные центрифужные пробирки (см. 7.2.3.4), доводят до метки водой (см. 6.1), закрывают пробкой и тщательно перемешивают. Свежие градуировочные растворы готовят ежедневно.

10.2 Инструментальный анализ

10.2.1 Настройка прибора

10.2.1.1 Настраивают ионный хроматограф в соответствии с инструкциями изготовителя.

10.2.1.2 Устанавливают соответствующий объем петли для ввода пробы.

10.2.1.3 Настраивают детектор для измерения в соответствующем диапазоне.

10.2.1.4 Настраивают расход элюента (см. 6.4), подходящий для используемой колонки.

10.2.1.5 Настраивают соответствующий расход регенерирующего раствора.

10.2.2 Анализ

10.2.2.1 Вводят градуировочные растворы (см. 10.1.4) в ионный хроматограф в порядке увеличения их массовой концентрации и определяют площади пиков по гидроксидам для каждого градуировочного раствора.

10.2.2.2 Используют программное обеспечение хроматографа для получения градуировочной функции, используя линейную регрессию. Повторяют градуировку, если коэффициент детерминации R^2 составляет менее 0,999.

Примечание — Если $R^2 < 0{,}999$, то возможно удаление одной ошибочной градуировочной точки и проведение повторной обработки данных для получения приемлемой градуировочной функции.

10.2.2.3 Вводят холостые растворы и анализируемые растворы проб (см. 10.1.3) в ионный хроматограф и проводят измерения для каждого раствора. Для определения массовой концентрации гидроксидов, в миллиграммах на литр, используют сохраненную в памяти прибора градуировочную функцию (см. 10.2.2.2).

10.2.2.4 Анализируют градуировочный холостой раствор и градуировочный раствор с массовой концентрацией, соответствующей средней части диапазона измерений после начальной градуировки и после анализа каждых десяти анализируемых растворов. Если измеренное значение массовой концентрации гидроксид-ионов при введении градуировочного холостого раствора находится выше предела обнаружения метода, определенного в соответствии с 10.3.2 или если измеренная массовая концентрация Li, Na, K и Ca-ионов при проверке градуировки изменилась более чем на ±5 %, то выполняют одно из следующих корректирующих измерений. Либо с помощью программного обеспечения прибора корректируют изменение чувствительности (используя средства корректировки углового коэффициента), либо временно прекращают анализ и проводят повторную градуировку. В любом случае повторно проводят анализ растворов, которые были проанализированы в то время, когда имело место изменение чувствительности, или, если это невозможно, проводят повторную обработку данных для учета изменения чувствительности.

10.2.2.5 Анализируют растворы холостых реактивов и растворы лабораторных холостых проб, как указано в 10.4.1, и растворы для контроля качества по 10.4.2.1, а результаты анализа используют для контроля характеристик метода в соответствии с 10.4.2.2.

10.2.2.6 Если обнаружено, что значение массовой концентрации Li, Na, K и Ca превышает верхний предел линейного участка градуировочной функции, то разбавляют анализируемые растворы для того, чтобы результаты попадали в область линейности градуировочной функции, и повторяют анализ. При разбавлении растворов добавляют необходимый объем раствора для экстракции, чтобы разбавленные анализируемые растворы и градуировочные растворы совпадали по матрице, и записывают коэффициент разбавления (КР).

Примечание — При работе с пробами, в которых ожидается очень высокое содержание LiOH, NaOH, KOH и $Ca(OH)_2$, может потребоваться разбавление анализируемых растворов перед проведением первого анализа.

10.3 Оценка пределов обнаружения и количественного определения

10.3.1 Оценка инструментальных пределов обнаружения

10.3.1.1 Оценивают инструментальные пределы обнаружения в условиях проведения анализа в соответствии с процедурой по 10.3.1.2 и 10.3.1.3 и повторяют эти действия при любых значительных изменениях этих условий.

Примечание — Инструментальный предел обнаружения используют для идентификации изменений его характеристик, но он не является пределом обнаружения метода (см. [21]). Инструментальный предел обнаружения чаще всего ниже, чем предел обнаружения метода, поскольку в нем учитывают только изменчивость отдельных показаний прибора; при измерениях, выполненных для одного раствора, не учитывают вклады в изменчивость, обусловленные матрицей или пробой.

10.3.1.2 Приготавливают анализируемый раствор с содержанием гидроксидов, близким к ожидаемому инструментальному пределу их обнаружения, разбавляя рабочий стандартный раствор (см. 6.5.5) в соответствии с требуемым коэффициентом разбавления.

10.3.1.3 Проводят не менее десяти измерений анализируемого раствора и вычисляют инструментальный предел обнаружения, равный утроенному стандартному отклонению среднего значения концентрации аналита в пробе.

10.3.2 Оценка пределов обнаружения и количественного определения метода

10.3.2.1 Оценивают предел обнаружения метода и предел количественного определения в условиях проведения анализа в соответствии с процедурой, установленной в 10.3.2.2 и 10.3.2.3 (основанной на подходе, описанном в [22]), и повторяют действия при значительном изменении условий проведения анализа.

10.3.2.2 Приготовляют не менее десяти фильтров (см. 7.1.2) для улавливания Li, Na, K и Ca в количестве, близком к ожидаемому пределу обнаружения метода, например 1 мкг катиона, путем нанесения на каждый фильтр 0,01 $см^3$ раствора, приготовленного путем разбавления рабочего стандартного раствора катиона (см. 6.5.5) с соответствующим коэффициентом разбавления. Приготовляют анализируемые растворы в соответствии с методикой разбавления проб, используемой для приготовления анализируемых растворов проб (см. 10.1.3)

10.3.2.3 Проводят измерения на ионном хроматографе анализируемых растворов, полученных для каждого фильтра с введенным аналитом (см. 10.3.2.2), и вычисляют предел обнаружения метода, равный утроенному стандартному отклонению среднего значения концентрации аналита в пробе, для фильтра каждого типа.

Примечание — В качестве альтернативы может быть использована процедура оценки предела обнаружения метода, заключающаяся в анализе проб, полученных на основе фильтров с содержанием аналита, находящимся в области предполагаемого значения предела обнаружения (см. [21]).

10.4 Контроль качества

10.4.1 Холостые реактивы

Проводят все процедуры подготовки и анализа проб холостых реактивов (вода и реактивы) и лабораторных холостых проб (фильтров без введенного аналита) для того, чтобы определить, не происходит ли загрязнение проб при проведении работ в лаборатории. Приготовляют и анализируют холостые реактивы как минимум по одному на каждые 20 проб или по одному для партии фильтров и реактивов.

10.4.2 Пробы с введенным аналитом и дублирующие пробы с введенным аналитом

10.4.2.1 Для оценки точности метода для серии проб, выраженной через отношение извлеченного количества к истинному количеству введенного аналита, в процентах, выполняют все процедуры подготовки и анализа в отношении проб с введенным аналитом и дублирующих проб с введенным аналитом. Пробы с введенным аналитом и дублирующие пробы с введенным аналитом состоят из фильтров, на которые были добавлены Li, Na, K и Ca в известных количествах. (Это может быть выполнено путем введения рабочих стандартных растворов известного объема в количествах, соответствующих линейному динамическому диапазону прибора. Исходные стандартные растворы, используемые для приготовления рабочего стандартного раствора, содержащего гидроксид-ионы, и градуировочные растворы должны быть получены от разных изготовителей.) Приготовляют и анализируют растворы для контроля качества как минимум по одному для партии фильтров и реактивов или как минимум по одному на каждые 20 проб.

10.4.2.2 Контролируют выполнение метода путем построения контрольных карт для извлечений, в процентах, и для относительных разностей между пробами с введенными аналитами и дублирующими пробами с введенным аналитом, в процентах. Если результаты контроля качества указывают на то, что характеристики метода выходят за контрольные пределы, то исследуют возможные причины этого, выполняют соответствующие корректирующие действия и, при необходимости, повторяют анализ. Общее руководство по применению контрольных карт см. ASTM E 882 [6].

10.4.3 Аттестованные стандартные образцы

При наличии соответствующих аттестованных стандартных образцов Li, Na, K и Ca перед проведением рутинных измерений следует их проанализировать для подтверждения того, что аналитическое

извлечение, выраженное в процентах по отношению к сертифицированному значению, удовлетворительно. Аттестованные стандартные образцы могут быть приобретены в комиссии Европейского союза (ERM) и в Национальном Институте стандартов и технологий (NIST).

10.4.4 Внешняя оценка качества

Если лаборатория проводит анализ воздуха на содержание гидроксидов регулярно, то рекомендуется, чтобы они принимали участие в соответствующих программах внешней оценки качества или проверках квалификации, если такие программы существуют, и лаборатории имеют возможность присоединиться к ним.

Примечание — Подробную информацию о существующих программах проверки квалификации можно найти, например, в базе данных EPTIS [23] или запросить в национальном органе по аккредитации лабораторий.

10.5 Неопределенность измерения

Настоятельно рекомендуется, чтобы лаборатория оценивала и представляла неопределенность своих измерений в соответствии с Руководством ИСО/МЭК 98-3 [4]. Оценка включает в себя построение диаграммы причинно-следственной связи [3] для идентификации отдельных источников случайной и систематической погрешностей методов отбора проб и анализа. Стандартные неопределенности, связанные с этими погрешностями, затем оценивают и/или определяют экспериментальным путем и включают в так называемый бюджет неопределенности. На конечном этапе суммарную неопределенность умножают на соответствующий коэффициент охвата и получают расширенную неопределенность. Обычно рекомендуется использовать коэффициент охвата, равный двум, что соответствует уровню доверительной вероятности вычисленного значения приблизительно 95 %.

Примечания

1 Примеры применения анализа причинно-следственной связи для аналитических методов описаны в Руководстве ИСО/МЭК 98-3 [4] и приведены в [24] и [25].

2 Руководство по включению неопределенности, связанной с отбором проб, в баланс неопределенности, приведено в EH 13890 [15].

3 Составляющие, которые вносят вклад в случайную изменчивость аналитического метода, обычно учитывают в прецизионности измерений, которую можно оценить по данным контроля качества. При допущении прямоугольного распределения вероятностей погрешность, обусловленная дрейфом прибора, может быть оценена путем деления значения дрейфа, допустимого до повторной градуировки прибора, на $\sqrt{3}$ (см. 10.2.2.4). Систематические погрешности аналитического метода включают, например, погрешности, связанные с аналитическим извлечением, приготовлением стандартных рабочих растворов, разбавлением анализируемых растворов и т. п.

11 Представление результатов измерений

Рассчитывают массовую концентрацию LiOH, NaOH, KOH и $Ca(OH)_2$ в воздухе при атмосферных условиях по формуле

$$\rho_{hydroxide} = \frac{(\rho_{cation,1} \cdot V_1 f_{dilution}) - (\rho_{cation,0} \cdot V_0)}{V} f_{conversion}, \quad (2)$$

где $\rho_{hydroxide}$ — средняя массовая концентрация LiOH, NaOH, KOH и $Ca(OH)_2$ в пробе, мг/м^3;

$\rho_{cation,1}$ — массовая концентрация Li, Na, K и Ca в холостой пробе, мг/л;

V_1 — объем анализируемого раствора пробы, см^3;

$f_{dilution}$ — коэффициент разбавления, равный 1 при отсутствии разбавления;

$\rho_{cation,0}$ — массовая концентрация Li, Na, K и Ca в анализируемом растворе пробы, мг/л;

V_0 — объем холостого раствора, см^3;

V — объем пробы воздуха, см^3;

$f_{conversion}$ — коэффициент перевода массовой концентрации катионов в массовую концентрацию гидроксида [3,45 для LiOH, 1,73 для NaOH, 1,43 для KOH, и 1,85 для $Ca(OH)_2$]

12 Характеристики метода

12.1 Эффективность отбора пробы и ее хранение

При лабораторном испытании с фильтрами, пропитанными LiOH, NaOH, KOH и $Ca(OH)_2$, извлечение составило > 95 % после четырех недель хранения пробы. Подробная информация приведена в [19].

12.2 Пределы количественного определения метода

Предел количественного определения метода был определен [19] и составил 0,5 мг/л для Li и 1 мг/л для Na, K и Ca. Для раствора пробы объемом 10 $см^3$ и пробы воздуха объемом 420 л это эквивалентно массовой концентрации 0,041 $мг/м^3$ для LiOH и NaOH, 0,034 $мг/м^3$ для KOH, и 0,044 $мг/м^3$ для $Ca(OH)_2$.

12.3 Верхний предел рабочего диапазона измерений

Верхний предел рабочего диапазона измерений определяется максимально допустимой загрузкой фильтра для отбора проб. Было показано [19], что проскок не происходит при загрузке фильтров из кварцевого волокна вплоть до 1 мг.

12.4 Смещение и прецизионность

12.4.1 Смещение для аналитической процедуры

Лабораторные эксперименты показали, что аналитический метод не имеет значительного смещения. Среднее аналитическое извлечение, определенное в [19] по результатам анализа фильтров с введенными аналитами, составило значение в диапазоне (100 ± 2) % для LiOH, NaOH, KOH и $Ca(OH)_2$.

12.4.2 Прецизионность для аналитической процедуры

Составляющая коэффициента вариации метода, обусловленная аналитической изменчивостью $C_{V(analysis)}$, определенная [19] по результатам анализа проб с введенным аналитом, составляет значение в диапазоне от 0,7 % до 1,3 % для LiOH, от 0,9 % до 3,0 % для NaOH, от 0,8 % до 1,9 % для KOH и от 1,4 % до 3,4 % для $Ca(OH)_2$.

12.5 Неопределенность метода отбора и анализа проб

Оцененная расширенная неопределенность метода при коэффициенте охвата, равном двум, для частиц гидроксидов составила < 22 % [19].

12.6 Влияющие величины

Na, K и Ca повсеместно распространены в окружающей среде и, если они присутствуют в отобранном воздухе в большом количестве, то другие растворимые соли Na, K и Ca могут значительно влиять на измерения NaOH, KOH и $Ca(OH)_2$, проведенные с использованием методологии, описанной в настоящем стандарте. Однако также существуют исследования селективности и чувствительности, в которых гидроксиды измеряют титриметрически. Например, может произойти смешанное воздействие более чем одного гидроксида, а также присутствие карбонатов, и реакция выбранных гидроксидов с CO_2 может быть фактором, искажающим результаты. Методология, описанная в настоящем стандарте, была выбрана потому, что дает случаи наихудших результатов, т. е. возможны ложно-положительные результаты, но невозможны ложно-рассеивающие результаты.

13 Протокол испытаний

13.1 Запись результатов измерений

Ведут исчерпывающие записи результатов испытаний, содержащие, по крайней мере, следующую информацию:

a) заявление о конфиденциальности полученной информации, при необходимости;

b) полную идентификацию пробы воздуха, в том числе дату и место отбора, тип пробы (индивидуальная или стационарная), инициалы и фамилию работника, в зоне дыхания которого проводили отбор проб (или другая идентификация личности), или место, в котором отбирали пробы воздуха (в случае стационарного отбора проб), краткое описание производственной деятельности, осуществляемой во время отбора проб, уникальный идентификационный код пробы;

c) ссылку на настоящий стандарт;

d) марку, тип и диаметр используемого фильтра;

e) марку и тип используемого пробоотборника;

f) марку и тип используемого насоса, его идентификационные данные;

g) марку и тип используемого расходомера, рабочий эталон, по которому проверяли градуировку расходомера, диапазон значений расхода, в котором проверяли градуировку расходомера, атмосферное давление и температуру окружающей среды, при которых проверяли градуировку расходомера, при необходимости (см. 9.1.3);

h) время начала и окончания периода отбора проб, продолжительность отбора проб, в мин;

i) средний расход во время отбора проб, в л/мин;

j) средние температуру окружающей среды и атмосферное давление во время отбора проб, при необходимости (см. 9.1.3);

k) объем отобранного воздуха при окружающих условиях, в литрах;

l) имя проводившего отбор проб;

m) усредненное по времени значение массовой концентрации LiOH, NaOH, KOH и $Ca(OH)_2$ в пробе воздуха (мг/м^3) при температуре окружающей среды и атмосферном давлении или приведенное к стандартным условиям;

n) аналитические величины, используемые для вычисления результата измерения, включая массовую концентрацию гидроксид-ионов в пробе и холостом растворе, объем пробы и холостого раствора, коэффициент разбавления, при необходимости;

Примечание — Если необходимые данные (например, объем отобранного воздуха) нельзя получить в лаборатории для проведения вышеуказанных расчетов, то протокол испытаний в лаборатории может содержать результат анализа в микрограммах Li, Na, K и Ca на пробу с фильтра.

o) тип(ы) прибора(ов), используемых для подготовки и анализа проб, с указанием уникальных идентификационных данных;

p) оцененные пределы обнаружения прибора и метода, пределы количественного определения в рабочих условиях; неопределенность измерений в соответствии с Руководством ИСО/МЭК 98-3 [4]; и данные по контролю качества результатов измерений, по запросу заказчика;

q) описание любых действий, не установленных настоящим стандартом или рассматриваемых как дополнительные;

r) ФИО аналитика(ов)) [или другие элемент(ы) идентификации личности];

s) дату проведения анализа;

t) описание любых случайных отклонений, особых обстоятельств или другую полезную информацию.

13.2 Протокол

Протокол должен включать в себя всю информацию, запрашиваемую заказчиком, органами власти и органами по аккредитации.

Приложение А
(справочное)

Поправка на температуру и давление

А.1 Введение поправки на температуру и давление в измеренное значение расхода

А.1.1 Для измерения объемного расхода рекомендуют использовать пузырьковые расходомеры, поскольку их показания не зависят от температуры и давления. При использовании расходомеров другого типа может потребоваться введение поправки в измеренное значение объемного расхода, если температура и давление во время измерения отличны от температуры и давления, при которых проводилась проверка градуировки расходомера.

А.1.2 Типичный случай, когда необходимо введение поправки на давление и температуру, — измерение объемного расхода с помощью расходомера постоянного перепада давления с переменной площадью сечения. В этом случае скорректированное значение объема пробы воздуха вычисляют по формуле

$$V_{corr} = q_V \cdot t \cdot \sqrt{\frac{p_1 \cdot T_2}{p_2 \cdot T_1}}, \quad (A.1)$$

где V_{corr} — скорректированное значение объема пробы воздуха, л;

q_V — средний объемный расход, л/мин;

t — продолжительность отбора проб, мин;

p_1 — атмосферное давление во время проверки градуировки расходомера, кПа;

p_2 — среднее атмосферное давление во время отбора проб, кПа;

T_1 — температура во время градуировки расходомера для отбора проб, К;

T_2 — средняя температура во время отбора проб, К.

Теоретический расчет показывает, что 5 %-ное отклонение объема пробы воздуха от его значения при нормальном атмосферном давлении 101,3 кПа наблюдается при 91,9 и 112,2 кПа. Оба эти значения лежат за пределами области нормальных погодных условий на уровне моря, но это давление соответствует изменению высоты приблизительно на 800 м (при увеличении высоты над уровнем моря на приблизительно 8 м атмосферное давление уменьшается на 0,1 кПа), если на уровне моря атмосферное давление нормальное. Подобным образом, 5 %-ное отклонение объема пробы воздуха от его значения при стандартной температуре 293 К наблюдается при 264 и 323 К.

А.1.3 Для расходомера любого другого типа может потребоваться поправка на давление и температуру. При внесении таких поправок следуют инструкциям изготовителя.

Приложение В
(обязательное)

Материалы фильтров

В.1 Фильтры

Цель использования фильтров заключается в том, чтобы улавливать частицы гидроксидов.

LiOH, NaOH, KOH, и $Ca(OH)_2$ являются сильными гидроксидами, которые реагируют со многими материалами фильтров. Поэтому первостепенное значение имеет правильный выбор фильтра, используемого для улавливания. Он должен быть произведен из материала, который не реагирует с гидроокисями.

Наиболее подходящими для использования в качестве фильтров обычно являются фильтры из кварцевого волокна. Однако уровень значения и изменчивость холостых проб могут значительно отличаться в зависимости от поставщика фильтров и индивидуального номера партии (см. 12.6). Поэтому желательно проверять каждую партию фильтров на пригодность к использованию, определяя предел количественного анализа по методике, приведенной в 10.3.2.

Примечание — Фильтры из стекловолокна, которые также подходят для отбора проб гидроокиси, приводят к очень высоким значениям Na и Ca в холостых пробах.

Приложение С
(справочное)

Осаждение на стенках пробоотборника

С.1 Общие понятия

Это приложение содержит информацию о подсчете осажденных твердых частиц на внутренних стенках транспортной кассеты или пробоотборника (см. 10.1.2).

С.2 Пробоотборники

Приборы для отбора проб аэрозолей обычно состоят из фильтра, закрепленного в штативе. Все устройство в целом, как полагают, является аэрозольным пробоотборником. Под эффективностью отбора проб аэрозольного пробоотборника подразумевают содержание частиц в воздухе, вычисленное по частицам, отобранным пробоотборником, по сравнению с невозмущенным содержанием частиц в воздухе. Все аэрозольные пробоотборники демонстрируют уменьшение в эффективности отбора проб с увеличением аэродинамического диаметра частиц. Селективные по размеру пробоотборники спроектированы для определенной эффективности отбора проб по диапазону аэродинамических диаметров, известных как норматив по отбору проб (см. ИСО 7708), когда фактическую эффективность пробоотборника рассматривают в отношении соответствующего норматива по отбору проб.

С.3 Эффективность улавливания

У эффективности улавливания аэрозольного пробоотборника есть четыре компонента: (i) эффективность всасывания, (ii) эффективность передвижения в пределах пробоотборника (или от входного отверстия прибора до улавливающего субстрата или, если присутствует внутренний сепаратор, то от входного отверстия прибора до внутреннего сепаратора и от внутреннего сепаратора до улавливающего субстрата), (iii) эффективность проникновения (через внутренний сепаратор, если представлен), и (iv) эффективность захвата улавливающего субстрата (например, эффективность фильтрации, когда улавливающий субстрат — фильтр). Для любой приведенной конструкции пробоотборника различные компоненты являются функциями аэродинамического размера частицы и скорости подачи воздуха через пробоотборник. Эффективность всасывания также зависит от скорости и направления ветра, в то же время от угла пробоотборника по отношению к вертикальным мешающим влияниям зависит эффективность и всасывания, и транспортирования. Часть пробы оседает на внутренних поверхностях пробоотборника как результат потерь во время переноса в его пределах. Кроме того, пробоотборник транспортируют после отбора проб, частицы, осажденные на субстрате, могут переместиться и добавиться к уже осевшим на внутренних поверхностях пробоотборника (хотя, скорее всего, это будет иметь меньшее значение, за исключением тех случаев, когда улавливающий субстрат перегружен пробой). Если спецификация конструкции пробоотборника подразумевает включение всех отобранных частиц, то эти потери должны быть учтены.

Для некоторых пробоотборников осаждение на улавливающем субстрате, как полагают, и является всей пробой, то есть осаждение на стенках не является частью пробы. Для других пробоотборников рекомендовано оценивать осаждение на стенках.

С.4 Методики

Существует несколько методик, которые могут быть использованы для учета осаждения на стенках. Один метод — экстракционное или обычное растворение частиц в пределах пробоотборника. Другая методика, которой часто следуют, включает вымывание осадка на внутренних стенках в экстракционный или обычный сосуд для растворения, содержащий улавливающий субстрат. Это можно провести количественно, если осадок является очень растворимым или легко отделяемым, что характерно для LiOH, NaOH, KOH и $Ca(OH)_2$.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ISO 1042	IDT	ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4488—80) «Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия»
ISO 7708:1995	IDT	ГОСТ Р ИСО 7708—2006 «Качество воздуха. Определение гранулометрического состава частиц при санитарно-гигиеническом контроле»
ISO 8655-1	—	*
ISO 8655-2	—	*
ISO 8655-6	—	*
ISO 13137	—	*
EN 13205-1	—	*

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:
- IDT — идентичные стандарты.

Библиография

[1] ISO 3534-2:2006 — Statistics — Vocabulary and symbols — Part 2: Applied statistics (ИСО 3534-2:2006 Статистика. Словарь и условные обозначения. Часть 2. Прикладная статистика)

[2] ISO 3585 — Borosilicate glass 3.3 — Properties (ИСО 3585 Стекло боросиликатное 3.3. Свойства)

[3] ISO 8756 — Air quality — Handling of temperature, pressure and humidity data (ГОСТ Р ИСО 8756-2005 Качество воздуха. Обработка данных по температуре, давлению и влажности)

[4] ISO 9004-4:1993 — Quality management and quality system elements — Part 4: Guidelines forquality improvement (ИСО 9004-4:1993 Административное управление качеством и элементы системы качества. Часть 4. Руководящие указания по улучшению качества)

[5] ISO/IEC Guide 98-3:2008 — Uncertainty of measurement — Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995) (ИСО/МЭК 98-3 Неопределенность измерений. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерений)

[6] ISO/IEC Guide 99:2007 — International vocabulary of metrology — Basic and general concepts and associated terms (VIM) (ИСО/МЭК 99:2007 Международный словарь по метрологии. Основные и общие понятия и соответствующие термины)

[7] ASTM E 882 — Standard guide for accountability and quality control in the chemical analysis laboratory

[8] ASTM E 1370 — Standard guide for air sampling strategies for worker and workplace protection

[9] ASTM D 4840 — Standard practice for chain of custody procedures

[10] EN 482 — Workplace atmospheres — General requirements for the performance of procedures for the measurement of chemical agents (ГОСТ Р ЕН 482—2012 Воздух рабочей зоны. Общие требования к характеристикам методик измерений содержания химических веществ)

[11] EN 689 — Workplace atmospheres — Guidance for the assessment of exposure to chemical agents for comparison with limit values and measurement strategy (ЕН 6892 Воздух рабочей зоны. Руководство по оценке воздействия при вдыхании химических веществ для сравнения с предельно допустимыми концентрациями и методология измерений)

[12] EN 1540:2011 — Workplace exposure — Terminology (ЕН 1540:2011 Воздействие на рабочем месте. Терминология)

[13] EN 13890 — Workplace exposure — Procedures for measuring metals and metalloids in airborne particles — Requirements and test methods (ЕН 13890 Воздействие на рабочем месте. Методики для определения металлов и металлоидов в частицах аэрозоля. Основные требования и методы испытания)

[14] EN 14902:2005 — Ambient air quality — Standard method for the measurement of Pb, Cd, As and Ni in the PM_{10} fraction of suspended particulate matter (ЕН 14902:2005 Качество воздуха окружающей среды. Стандартный метод измерения свинца, кадмия, мышьяка и никеля во фракции PM_{10} взвешенных макрочастиц материала)

[15] European Commission. Council Directive 98/24/EC of 7 April 1998 on the protection of the health and safety of workers from the risks related to chemical agents at work (fourteenth individual Directive within the meaning of Article 16(1) of Directive 89/391/EEC). Available (2011-11-06) at http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=OJ:L:1998:131:0011:0023:EN:PDF

[16] American Conference of Government Industrial Hygienists (ACGIH), Threshold Limit Values for Chemical Substances and Physical Agents; Biological Exposure Indices, ACGIH, Cincinnati, OH, USA (updated annually) gost.e-ecolog.ru

[17] European Commission. Commission Directive 2006/15/EC of 7 February 2006 establishing a second list of indicative occupational exposure limit values in implementation of Council Directive 98/24/EC and amending Directives 91/322/EEC and 2000/39/EC. Available (2011-11-06) at gost.e-ecolog.ru /LexUriServ/LexUriServ.do?uri=OJ:L:2006:038:0036:0039:EN:PDF

[18] International Labour Organization (ILO). Programme on Safety and Health at Work and the Environment (SafeWork), Chemical Exposure Limits. Available (2011-11-06) at http://gost.e-ecolog.ru 118291/index.htm

[19] Institut für Arbeitsschutz der Deutschen Gesetzlichen Unfallversicherung (IFA). Database : GESTIS — International limit values for chemical agents. Available (2011-11-06) at http://gost.e-ecolog.ru

[20] Breuer D.Hydroxide (LiOH, NaOH, KOH, Ca(OH)2), In: BGIA Working Folder, Sheet No. 7683. Erich-Schmidt Verlag GmbH & Co, Berlin, Germany, 2009. ISBN 3 503 020853. Available (2011-11-06) at gost.e-ecolog.ru

[21] Dionex, Dionex reference library, manuals, technical documents, applications, product literature, CD-ROM, Dionex corporation (updated regularly). Available (2011-11-06) at gost.e-ecolog.ru

[22] Kennedy E .R., Fischbach T.J., S ong R ., E ller P.M., Shulman S.Guidelines for air sampling and analytical method development and evaluation. U.S. Department of Health and Human Sciences, Public Health Service, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, Cincinnati, OH, 1995. DHHS (NIOSH) Publication pp. 95—117. Available (2011-11-06) at gost.e-ecolog.ru

[23] Currie L.A. Nomenclature in evaluation of analytical methods including detection and quantification capabilities (IUPAC Recommendations 1995). Pure Appl. Chem. 1995, 67 pp. 1699—1723

[24] BAM. Database EPTIS (European Information System on Proficiency Testing Schemes). Federal Ministry of Economics and Technology (BMWi), Federal Institute for Materials Research and Testing (BAM), Berlin, Germany. Available (2011-11-06) at gost.e-ecolog.ru

[25] Ellison S .L.R., & Barwick V.J. Estimating measurement uncertainty: Reconciliation using a cause and effect approach. Accredit. Qual. Assur. 1998, 3 pp. 101—513

[26] Ellison S .L.R., & Barwick V.J. Using validation data for ISO measurement uncertainty investigation: Part 1. Principles of an approach using cause and effect analysis. Analyst (Lond.).1998,123 pp. 1387—1392

УДК 504.3:006.354 ОКС 13.040.30 Т58 IDT

Ключевые слова: воздух, рабочая зона, гидроксид лития, гидроксид натрия, гидроксид калия, дигидроксид кальция, катионы, ионная хроматография, зона дыхания

Редактор *Ю.П. Кудряшова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 07.11.2016. Подписано в печать 05.12.2016. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,72. Уч.-изд. л. 3,37. Тираж 27 экз. Зак. 3026.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

gost.e-ecolog.ru