ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 16200-1— 2007

КАЧЕСТВО ВОЗДУХА РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Отбор проб летучих органических соединений с последующей десорбцией растворителем и газохроматографическим анализом

Часть 1

Отбор проб методом прокачки

ISO 16200-1:2001
Workplace air quality — Sampling and analysis of volatile organic compounds by solvent desorption/gas chromatography — Part 1: Pumped sampling method
(IDT)

Издание официальное

БЗ 4—2007/67

Москва
Стандартинформ
2007

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Научно-исследовательский центр контроля и диагностики технических систем» (ОАО «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 29 июня 2007 г. № 158-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 16200-1:2001 «Качество воздуха рабочей зоны. Отбор проб летучих органических соединений с последующей десорбцией растворителем и газохроматографическим анализом. Часть 1. Отбор проб методом прокачки» (ISO 16200-1:2001 «Workplace air quality — Sampling and analysis of volatile organic compounds by solvent desorption/gas chromatography — Part 1: Pumped sampling method»).

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

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «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

© Стандартинформ, 2007

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 Сущность метода 2
4 Реактивы и материалы 2
5 Аппаратура 5
6 Отбор проб 6
7 Методика 7
8 Вычисление результатов 8
9 Мешающие вещества 9
10 Прецизионность и систематическая погрешность 9
11 Хранение и транспортирование 9
12 Протокол измерений 10
13 Контроль качества результатов измерений 10
Приложение А (справочное) Типы сорбентов 21
Приложение В (справочное) Эквивалентность газохроматографических неподвижных фаз 22
Приложение С (справочное) Определение объема «проскока» 23
Приложение D (справочное) Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным международным стандартам 24
Библиография 25

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КАЧЕСТВО ВОЗДУХА РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Отбор проб летучих органических соединений с последующей десорбцией растворителем и газохроматографическим анализом

Часть 1

Отбор проб методом прокачки

Workplace air quality. Sampling and analysis of volatile organic compounds by solvent desorption/gas chromatography. Part 1. Pumped sampling method

Дата введения — 2008—06—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает общие положения по отбору проб летучих органических соединений (ЛОС) из воздуха методом прокачки через сорбционные трубки, десорбции их при обработке растворителями и последующему анализу на газовом хроматографе.

Настоящий стандарт применяют для разнообразных ЛОС, включая углеводороды, галоидзамещенные углеводороды, эфиры, эфиры гликолей, кетоны и спирты. Для отбора проб этих ЛОС рекомендуется использовать ряд сорбентов, при этом каждый сорбент имеет свою область применения. Однако чаще всего используют активированный уголь на основе скорлупы кокосового ореха. ЛОС дифференцированно взаимодействуют с сорбентами. Так при отборе проб сильно полярных ЛОС необходимо получение их производных (дериватизация). Сорбенты задерживают очень низкокипящие соединения частично в зависимости от температуры окружающего воздуха, поэтому могут быть оценены лишь качественно. Среднелетучие соединения задерживаются полностью, однако могут быть десорбированы лишь частично.

Верхний предел используемого диапазона измерений определяется сорбирующей способностью используемого сорбента, линейным динамическим диапазоном детектора и пределом насыщения колонки или возможностями сплит-системы используемого хроматографа. Нижний предел используемого диапазона измерений зависит от уровня шумов детектора и уровня холостых показаний для аналита и (или) от мешающих веществ в сорбционных трубках или в растворителе, используемом для десорбции. Содержание мешающих веществ в активированном угле оценивается на уровне субнанограммов, однако для некоторых партий сорбента были замечены более высокие уровни содержания ароматических углеводородов.

Диапазон значений массовой концентрации, на который распространяется настоящий стандарт при измерении содержания паров ЛОС в воздухе, зависит от отобранного объема пробы. Например, для пробы воздуха объемом 10 л для индивидуального органического соединения диапазон измерений составит приблизительно от 1 до 1000 мг/м^3. Для пробы воздуха объемом 1 л диапазон составляет приблизительно от 10 до 10000 мг/м^3 для индивидуального органического соединения и т. д.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты:

ЕН 1232 Воздух рабочей зоны. Насосы для отбора проб химических веществ на рабочем месте. Требования и методы испытаний

ЕН 1540 Воздух рабочей зоны. Термины и определения

Издание официальное

3 Сущность метода

Определенный объем воздуха прокачивают через одну (или более) сорбционные трубки, соединенные последовательно; подбирают соответствующий сорбент (или сорбенты) для определения соединения или смеси соединений. Если выбраны подходящие сорбенты, то ЛОС удерживаются сорбционной трубкой и, таким образом, удаляются из прокачиваемого потока воздуха. Собранный пар десорбируется при обработке сорбента растворителем (обычно сероуглеродом), и полученный раствор анализируют на газовом хроматографе с пламенно-ионизационным, масс-спектрометрическим или другим селективным детектором.

4 Реактивы и материалы

При проведении анализа используют химические реактивы, квалификации «чистый для анализа».

4.1 Летучие органические соединения

Широкий набор ЛОС необходим в качестве реактивов, используемых для проведения калибровки[1)].

4.2 Растворитель для десорбции

Для целей десорбирования или элюирования используют растворитель, обычно сероуглерод (для хроматографии). Он не должен содержать соединений, которые элюируются вместе с определяемыми соединениями. В таблицах 1 и 2 приведены рекомендуемые растворители для десорбции индивидуальных паров (см. 7.5).

При необходимости (см. примечание 2) в растворитель для десорбции должно быть добавлено соответствующее количество модифицирующего вещества для получения гомогенного раствора десорбированных проб. Обычно для этой цели используется диметилформамид.

Примечания

1 Для десорбирования неполярных соединений с активированного угля обычно рекомендуется использовать сероуглерод. Для полярных соединений и смесей полярных и неполярных соединений не существует идеального универсального растворителя для десорбции. В качестве элюентов используют дихлорметан, метанол, высшие спирты, диметилформамид и ацетонитрил по отдельности, в смеси друг с другом или с сероуглеродом. В методах с кодами 07 и 100 по классификации OSHA[2)] [1], а также в методах с кодами 1301, 1400, 1401, 1402 и 1403 по классификации NIOSH[3)] [2] для кетонов и спиртов приведены примеры подходящих растворителей для десорбции, отличных от чистого сероуглерода.

2 Использование сероуглерода в качестве растворителя для десорбции может привести к ошибкам, если полярные соединения отбирают при высокой влажности воздуха. Полярные соединения могут растворяться не только в сероуглероде при проведении десорбции, но и в парах воды, которые сорбируются с пробой в достаточных количествах.

4.3 Сорбенты

4.3.1 Активированный уголь

Серийно выпускаются трубки, заполненные предварительно обработанным активированным углем, не требующие дальнейшей обработки. Альтернативно трубки могут быть подготовлены пользователем. Рекомендуемый размер частиц активированного угля составляет от 0,35 до 0,85 мм. Перед заполнением трубок уголь нагревают в инертной атмосфере, например в азоте высокой чистоты, при температуре приблизительно 600 °С в течение 1 ч. Для предотвращения повторного загрязнения охлаждение угля до комнатной температуры, хранение и последующую его загрузку в трубки проводят в чистой атмосфере.

Сорбирующая способность и эффективность десорбции для различных партий активированного угля могут быть разными. При использовании серийно выпускаемых трубок их следует приобретать из одной и той же партии в достаточном количестве для обеспечения совместимых характеристик в течение определенного периода времени.

Примечание — Активированный уголь обычно производят из скорлупы кокосового ореха. В некоторых случаях предпочтительно использование угля, полученного на основе нефтепродуктов (см. таблицы 1 и 2). В качестве альтернативы углю биологического происхождения некоторые производители рекомендуют использовать синтетический уголь.

---

1) В Российской Федерации калибровку в данном случае принято называть градуировкой.

2) OSHA — Управление по охране труда и промышленной гигиене США.

3) NIOSH — Национальный институт по охране труда и промышленной гигиене США.

4.3.2 Другие сорбенты

В некоторых случаях используют неугольные сорбенты (см. таблицы 1 и 2).

Примечание — Описание типов сорбентов приведено в приложении А. Возможно использование эквивалентных сорбентов.

4.4 Градуировочные растворы

Градуировочные растворы смесей аналитов применяют для сравнения значений массовой концентрации десорбированных растворов (см. 7.3) со значениями градуировочных образцов, применяемых в газохроматографическом анализе. Растворы следует готовить по методу, который обеспечивает прослеживаемость к национальным эталонам.

Использование внутреннего стандарта необязательно. Внутренний стандарт не должен оказывать мешающего влияния на определяемые соединения и не должен удаляться сорбентом из растворителя для элюирования. Целью использования внутреннего стандарта в рамках данного метода является введение поправок на небольшие изменения объема вводимого раствора. Использование внутреннего стандарта в качестве заменителя для введения поправок на эффективность десорбции (например, *н*-пропилацетата при анализе *н*-бутилацетата) не рекомендуется. Эффективность десорбции следует определять напрямую с использованием анализируемых соединений (см. 7.5).

Срок хранения градуировочных растворов различный и меняется в зависимости от применения. Обычно растворы на основе сероуглерода следует обновлять еженедельно или чаще, в случае обнаружения признаков разложения или испарения.

Примечание — При анализе сложных смесей, градуировочные смеси чистых веществ могут быть приготовлены до разбавления растворителем для элюирования. Ниже приведены примеры трех градуировочных смесей. Они были использованы при анализе смешанных растворителей в красках, растворителях, клеях, моющих средствах и другой продукции. Компоненты подобраны таким образом, чтобы происходило разделение пиков при работе с фазами BP-1 и BP-10[1)]. Другие градуировочные смеси могут оказаться более подходящими для других колонок и анализа других соединений. В приведенных ниже примерах градуировочные смеси 1—3 стабильны в течение не менее одного года при хранении в бутылях из темного стекла с закручивающимися политетрафторэтиленовыми крышками при температуре не выше 4 °С.

a) Смесь 1 состоит из *н*-гексана, *н*-гептана, *н*-октана, *н*-декана, *н*-ундекана, *н*-додекана, бензола, толуола, *о*-ксилола, *р*-ксилола, *н*-пропилбензола, изопропилбензола, *о*-этилтолуола, *м*-этилтолуола, *п*-этилтолуола, 1,2,4-триметилбензола, 1,3,5-триметилбензола, *н*-пропилацетата, *н*-бутилацетата, изобутилацетата, бутоксиэтилацетата.

b) Смесь 2 состоит из изопропанола, изобутанола, *н*-бутанола, 1-метокси-2-пропанола, бутоксиэтанола, толуола, этилбензола, 1,2,3-триметилбензола, этилацетата, этоксиэтилацетата.

c) Смесь 3 состоит из ацетона, 2-бутанона, 4-метилпентан-2-она, циклогексанона, 2-метилциклогексанона, 3-метилциклогексанона, 4-метилциклогексанона, изопропилацетата, *н*-нонана, толуола.

4.4.1 Раствор, содержащий приблизительно 10 мг/мл каждого жидкого компонента

1 г определяемого вещества или веществ помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, начиная с наименее летучего; доводят растворителем для десорбции (см. 4.2) до метки 100 мл, закрывают и встряхивают для перемешивания.

4.4.2 Раствор, содержащий приблизительно 1 мг/мл жидких компонентов

50 мл растворителя для десорбции помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл. В эту же колбу добавляют 10 мл раствора (см. 4.4.1); доводят растворителем для десорбции до метки 100 мл, закрывают и встряхивают для перемешивания.

4.4.3 Раствор, содержащий приблизительно 100 мкг/мл каждого жидкого компонента

10 мг определяемого вещества или веществ помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, начиная с наименее летучего; доводят растворителем для десорбции (см. 4.2) до метки 100 мл, закрывают и встряхивают для перемешивания.

4.4.4 Раствор, содержащий приблизительно 10 мкг/мл жидких компонентов

50 мл растворителя для десорбции помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл. В эту же колбу добавляют 10 мл раствора (см. 4.4.3); доводят растворителем для десорбции до метки 100 мл, закрывают и встряхивают для перемешивания.

[1)] BP-1 и BP-10 являются примерами подходящей продукции, имеющейся в продаже. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой ИСО названной продукции. Возможно использование эквивалентной продукции, если может быть доказано, что она позволяет получить аналогичные результаты. В приложении В приведен перечень продукции, которая считается эквивалентной.

4.4.5 Раствор, содержащий приблизительно 1 мг/мл газообразных компонентов

Для газов, например оксида этилена, градуировочный раствор с высоким значением массовой концентрации может быть приготовлен следующим образом. При атмосферном давлении получают чистый газ заполнением небольшого пластикового мешка из газового баллона. Газонепроницаемым микрошприцем (см. 5.8) отбирают 1 мл чистого газа и закрывают клапан шприца. В виалу[1)] подходящей вместимости вводят 2 мл растворителя для проведения десорбции и закрывают крышку. Конец иглы шприца вводят через мембранную крышку в растворитель. Клапан шприца открывают и слегка перемещают поршень, чтобы ввести растворитель для десорбции в шприц. При растворении газа в растворителе для десорбции создается вакуум, и шприц заполняется растворителем. Раствор возвращают в виалу. Шприц промывают полученным раствором дважды, и смывы помещают в виалу. Массу добавленного газа вычисляют с использованием газовых законов (1 моль газа при нормальных условиях занимает объем 22,4 л).

4.4.6 Раствор, содержащий приблизительно 10 мкг/мл газообразных компонентов

Для газов, например оксида этилена, градуировочный раствор с низким значением массовой концентрации может быть приготовлен следующим образом. При атмосферном давлении получают чистый газ заполнением небольшого мешка из пластика или другого инертного материала из газового баллона, отбирают газонепроницаемым микрошприцем (см. 5.8) 10 мкл чистого газа и закрывают клапан шприца. В виалу подходящей вместимости вводят 2 мл растворителя для проведения десорбции и закрывают крышку. Конец иглы шприца вводят через мембранную крышку в растворитель. Клапан открывают и слегка перемещают поршень, чтобы ввести растворитель для десорбции в шприц. При растворении газа в растворителе для десорбции создается вакуум, и шприц заполняется растворителем. Раствор помещают в виалу. Шприц промывают полученным раствором дважды, и смывы помещают в виалу. Массу добавленного газа вычисляют с использованием газовых законов (1 моль газа при нормальных условиях занимает объем 22,4 л).

4.5 Градуировочные газовые смеси

Приготавливают градуировочные газовые смеси (для 4.6 и приложения С) с известными значениями массовой концентрации определяемого(ых) соединения(й) стандартизованными методами. Для этого подходят методы, приведенные в [14], [15] и [16]. Если методика приготовления не применяется в условиях, которые позволяют установить непрерывную прослеживаемость получаемых значений массовой концентрации к первичным эталонам, то полученные значения должны быть подтверждены независимым методом.

4.6 Сорбционные трубки для градуировки, используемые для определения эффективности десорбции (для 7.5)

Сорбционные трубки для градуировки подготавливают путем прокачивания через чистые сорбционные трубки точно известного объема градуировочной газовой смеси, например с помощью насоса и регулятора массового расхода. При этом объем отобранного воздуха не должен превышать объем «проскока» для системы аналит — сорбент (см. приложение С). После прокачивания градуировочной газовой смеси сорбционную трубку отсоединяют и герметично закрывают.

Если получение градуировочных газовых смесей практически невыполнимо, то сорбционные трубки для градуировки могут быть приготовлены путем введения в чистые сорбционные трубки жидкости с помощью шприца при условии, что точность методики введения устанавливается с использованием методик, которые при введении шприцем позволяют получить значения массовой концентрации, прослеживаемые к первичным эталонам массы и(или) объема, или точность может быть подтверждена с помощью независимой методики.

Сорбционные трубки для градуировки подготавливают путем введения с помощью шприца аликвот градуировочных растворов (см. 4.4) точно известной массы или объема в чистые сорбционные трубки. Сорбционную трубку подсоединяют к тройнику, один из концов которого снабжен мембранной крышкой или устройством ввода проб газового хроматографа, через которое продувают инертный газ-носитель при расходе 100 мл/мин. Вводят шприцем аликвоты от 1 до 4 мкл градуировочного раствора через мембранную крышку и продувают газ-носитель в течение 5 мин. Затем трубку отсоединяют и герметично закрывают.

[1)] Небольшой пузырек с мембранной крышкой, используемый при газохроматографическом анализе.

5 Аппаратура

Кроме обычного лабораторного оборудования, используют следующую аппаратуру.

5.1 Сорбционная трубка

Сорбционная трубка для отбора проб обычно представляет собой стеклянную трубку с запаянными концами длиной 70 мм, внешним диаметром 6 мм и внутренним диаметром 4 мм, имеющую две секции с сорбентом. При использовании древесного угля основная секция с сорбентом содержит 100 мг активированного угля, а контрольная — 50 мг. Секции отделены друг от друга, а их содержимое удерживается с помощью инертного материала, например пробок из стекловолокна (предпочтительно силанированных).

Стеклянные трубки хранят в защитных футлярах для предотвращения повреждений.

Эффективность десорбции *D* для каждой партии трубок проверяют одним из методов, приведенных в 4.6. Если *D* составляет менее 0,75 (75 %), то трубки не используют.

Серийно выпускаются трубки, соответствующие требованиям настоящего стандарта; они также могут быть подготовлены пользователем. Используют также металлические трубки с подходящими пробками. Трубки, подготовленные пользователем, можно использовать, только если подтверждены воспроизводимость и постоянство их сорбционных свойств.

Если смеси неполярных аналитов десорбируют чистым сероуглеродом, то взаимное влияние их содержаний на *D* обычно незначительно. Если состав смеси полярных и неполярных аналитов приблизительно известен, то значения *D* определяют с использованием подобной смеси. Иногда, используя один растворитель для десорбции, невозможно добиться эффективности десорбции более 75 % для всех компонентов подобной смеси. Если может быть установлено постоянство *D* и отсутствует более подходящий растворитель, то принимают полученную эффективность десорбции, хотя по возможности предпочтение отдают отбору второй пробы и оптимизации условий десорбции полярных и неполярных аналитов.

Примечания

1 Вместо серийно выпускаемых двухсекционных трубок могут быть использованы две последовательно соединенные односекционные трубки. Такая конструкция имеет преимущество, так как после отбора проб нет необходимости хранить трубки при температуре ниже окружающей среды для предотвращения миграции сорбированных соединений из одной секции в другую.

2 Наряду с пробками из силанированного стекловолокна используют пробки из полиуретана, однако известно, что последние могут сорбировать некоторые пестициды [3], на определение которых не распространяется настоящий стандарт.

3 Если необходимо отбирать высоколетучие соединения в течение длительных периодов или при высоком объемном расходе, то для отбора проб могут быть использованы пробоотборные устройства большего размера при условии, что изменение размеров трубки и количества активированного угля в ней пропорционально размерам стандартного устройства для обеспечения такого же номинального линейного потока и времени контакта с сорбентом.

5.2 Пробки, плотно прилегающие к концам сорбционной трубки (см. 5.1), во избежание утечек или загрязнения изготовляют из инертного материала, такого как полиэтилен.

5.3 Пробоотборное устройство (насос для отбора проб)[1)], соответствующее требованиям ЕН 1232 или эквивалентное.

Насос для отбора проб должен соответствовать национальным требованиям безопасности.

5.4 Трубки из резины или пластика длиной 90 см подходящего диаметра для обеспечения герметичного соединения насоса и сорбционной трубки или ее держателя, если он применяется. Для прикрепления трубки с сорбентом и соединительной трубки к лацкану одежды применяют зажимы.

Не рекомендуется использовать соединительные трубки выше по потоку от сорбента, поскольку может произойти потеря пробы.

5.5 Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным, фотоионизационным, масс-спектрометрическим или другим подходящим детектором, способным обнаружить введение 0,5 нг толуола при отношении сигнал — шум не менее 5:1.

[1)] Можно использовать насос, работающий от элемента питания, с номинальным объемным расходом от 5 мл/мин до 5 л/мин (ЕН 1232).

Колонка газового хроматографа должна позволять разделять аналиты от других компонентов. Подходящими примерами являются колонки из кварцевого стекла размерами 50 м × 0,22 мм с неподвижной фазой ВР-1 или ВР-10. Толщина слоя неподвижной фазы составляет от 0,5 до 2,0 мкм. Обычными условиями работы этих колонок может быть режим программирования температуры от 50 °С до 200 °С, скорости нагрева 5 °С/мин и расходе гелия, используемого в качестве газа-носителя, от 0,7 до 0,8 мл/мин. Примеры эквивалентности газохроматографических неподвижных фаз приведены в приложении В.

5.6 Автоматическое пробоотборное устройство

Серийно выпускаемые автоматические пробоотборные устройства, оснащенные кюветами для жидкостного охлаждения проб, используемые для анализа летучих растворителей.

5.7 Мерные колбы 1-го класса точности, известной вместимости, используемые для приготовления градуировочных растворов смесей (см. 4.4).

5.8 Газонепроницаемые микрошприцы вместимостью 1,0 мл и 10 мкл с ценой деления 0,1 мл и 0,1 мкл соответственно.

5.9 Расходомер пузырькового типа или другое подходящее устройство измерения расхода насоса для отбора проб. Расходомер должен быть поверен.

Примечание — Применение неповеренных расходомеров для градуировки насосов может привести к систематической погрешности до нескольких десятков процентов.

6 Отбор проб

6.1 Градуировка насоса

Используя шкалу насоса, регулируют расход через типовую сорбционную трубку вместе с подсоединенной к ней трубкой так, чтобы рекомендуемый объем пробы отбирался за установленное время. Расход не должен превышать 200 мл/мин (см. приложение С и [18]). Объем пробы не должен превышать объема «проскока» (см. 6.2 и приложение С). Насос градуируют с использованием подходящего внешнего поверенного расходомера (см. 5.9). На одном конце поверенного расходомера поддерживают атмосферное давление для обеспечения правильной работы. Дополнительная информация по калибровке насоса приведена в [4].

6.2 Общие положения

Выбирают пробоотборное устройство, подходящее для отбираемого соединения или смеси соединений. Типы сорбентов приведены в приложении А. Опубликованные методы отбора и анализ проб конкретных ЛОС приведены в таблицах 1 и 2. В [2] и [12] приведена информация по соответствующему расходу и рекомендуемому времени отбора проб для конкретных ЛОС. Для большинства ЛОС при отборе пробы используются сорбционные трубки стандартных размеров (см. 5.1), через которые может быть пропущен объем воздуха не менее 10 л без «проскока». Для некоторых более летучих ЛОС гарантированный объем пробы может быть значительно меньше, а сорбционная трубка для градуировки – не иметь сорбционной емкости для отбора в течение 8 ч. В этом случае среднее взвешенное за 8 ч значение массовой концентрации может быть получено по результатам двух или более последовательных отборов проб, или может быть использована сорбционная трубка большего размера.

Отламывают оба конца сорбционной трубки для отбора проб таким образом, чтобы диаметр получившихся отверстий составлял не менее половины внутреннего диаметра трубки. Сорбционную трубку устанавливают в защитный держатель и с помощью соединительной трубки подсоединяют к насосу для отбора проб (в выключенном состоянии) так, чтобы контрольная секция (50 мг сорбента) располагалась ближе к насосу.

При отборе проб на рабочем месте укрепляют пробоотборное устройство[1)] в зоне дыхания (в соответствии с ЕН 1540). При отборе проб в производственном помещении выбирают соответствующее фиксированное место для установки пробоотборного устройства. В любом случае пробоотборное устройство должно быть укреплено в вертикальном положении для сведения к минимуму неравномерного распределения сорбента в трубке.

Включают насос и начинают отбор проб. При включении насоса фиксируют время включения и расход воздуха или регистрируют показания по шкале насоса. По окончании отбора проб отмечают и

[1)] Для оценки среднесменных предельно допустимых концентраций.

записывают время, снимают и регистрируют значение расхода или регистрируют показание и выключают насос. Обычно объем пробы рассчитывают на основе среднего между начальным и конечным значениями расхода, умноженного на время работы, или для насоса с автоматическим регулированием потока на основе зарегистрированных показаний, умноженных на объем за один рабочий ход. Если разница между начальным и конечным значениями расхода составляет более 10 %, то пробу отбраковывают.

Отсоединяют трубку или трубки с пробой и герметично закрывают оба конца каждой трубки пробками (см. 5.2). Пробки плотно прижимают. Трубки с пробами должны быть маркированы уникальным способом, например путем гравировки. Для маркировки трубок не используют краски и маркеры, содержащие растворители, а также приклеивающиеся бирки.

Если необходимо привести содержание аналита к определенным условиям (см. 8.1, примечание 1) или выразить его содержание в единицах объемной доли (см. 8.2), то в ходе отбора проб периодически отмечают и записывают температуру воздуха и барометрическое давление.

Примечания

1 Эффективность отбора проб будет составлять 100 % , если при этом не будет превышена сорбционная емкость сорбента. В ином случае будет происходить «проскок» ЛОС из основной секции в контрольную. Методика определения объема «проскока» приведена в приложении С. В [2] и [12] приведены ориентировочные значения объемов «проскока» для отдельных компонентов.

2 Объем «проскока» зависит от температуры окружающего воздуха, относительной влажности, содержания ЛОС и других загрязнителей, а также от расхода воздуха при отборе проб. Увеличение любого из указанных параметров приводит к уменьшению объема «проскока». На практике контрольная секция может быть использована для контроля «проскока». В качестве альтернативы две или несколько трубок могут быть задействованы параллельно для получения проб различных объемов («распределенные объемы проб»).

Для подготовки холостых проб используют трубки, идентичные трубкам, используемым для отбора ЛОС. На месте отбора с этими трубками обращаются так же, как с трубками для отбора проб, за исключением самого процесса отбора проб. Полученные трубки маркируют как холостые пробы.

7 Методика

7.1 Меры безопасности

В настоящем стандарте не приведены требования безопасности, которые следует соблюдать при его применении. Пользователь стандарта несет ответственность за разработку соответствующих мер безопасности и охраны здоровья с учетом требований законодательных актов.

7.2 Хранение

Если анализ проб не проводят в ближайшие 8 ч после их отбора, то пробы помещают в чистый свободный от выделений герметичный контейнер из стекла или металла.

Пробы высоколетучих соединений, таких как винилхлорид, хранят в сухом льду или морозильной камере в зависимости от их летучести. Для менее летучих соединений достаточно охлаждения до температуры менее 5 °С.

7.3 Десорбция

Пробы анализируют как можно быстрее.

В каждом случае десорбцию проводят в чистой атмосфере в вытяжном шкафу. Холостые пробы десорбируют таким же образом, как и обычные.

Пипеткой отбирают 1,0 мл растворителя для десорбции (см. 4.2), помещают его в виалу подходящей вместимости и сразу же ее закрывают. Сорбционную трубку, содержащую пробу в основной (большей) секции помечают, а затем открывают. Удаляют пробку из стекловолокна и помещают ее в отходы. Открывают виалу с растворителем для десорбции, пересыпают в него сорбент из основной секции трубки и вновь закрывают. Для достижения максимальной десорбции периодически встряхивают виалу в течение 30 мин. Повторяют те же самые действия для контрольной секции трубки, используя при этом другую виалу.

При применении трубок, содержащих более 100 мг + 50 мг сорбента, используют виалу большей вместимости и пропорционально больший объем растворителя для десорбции. В особых случаях могут использоваться другие объемы растворителя для десорбции.

При десорбировании проб высоколетучих соединений, таких как винилхлорид, виолу с растворителем для десорбции перед добавлением в него сорбента предварительно охлаждают.

7.4 Анализ

Газовый хроматограф настраивают для анализа ЛОС. Для анализа этих соединений используют различные хроматографические колонки (см. 5.5). Выбор колонки в значительной степени зависит от присутствия соединений, которые могут оказывать мешающие влияния на хроматографический анализ.

В газовый хроматограф вводят градуировочные растворы (см. 4.4) фиксированного объема (от 1 до 5 мкл). При этом используют такую методику введения раствора, которая позволяет получать повторяющиеся по высоте или площади пики.

Примечание — Для серии повторных введений микрошприцем относительное стандартное отклонение должно быть не более ± 2 %. Для автоматических пробоотборных устройств оно должно быть не более ± 1 %.

В газовый хроматограф вводят раствор десорбированной пробы такого же фиксированного объема. По градуировочному графику определяют значение массовой концентрации аналита в десорбированной пробе. Пробы, используемые для определения эффективности десорбции, и холостые пробы анализируют тем же самым способом.

Соответствие времени удерживания, полученного на отдельной колонке, не должно быть единственным критерием идентичности. Индексы удерживания на фазах BP-1 и BP-10 для приблизительно 160 ЛОС приведены в таблице 3. Они могут быть использованы для определения порядка элюирования на этих фазах или эквивалентных им фазах, однако не являются окончательными, так как точные значения зависят от режима температурного программирования, расхода газа-носителя и других факторов.

Если контрольная секция содержит более 10 % количества аналита или любого компонента ЛОС, то пробу отбраковывают как недостоверную [2].

7.5 Определение эффективности десорбции

Эффективность десорбции ЛОС D зависит от типа и партии используемого сорбента. Поэтому для каждого типа сорбента и каждого аналита необходимо определить D во всем диапазоне измерений массовой концентрации аналита в пробе. Пробы подготавливают в соответствии с 4.6, проводят десорбцию в соответствии с 7.3 и анализ в соответствии с 7.4. Таким образом, D представляет собой отношение количества извлеченного вещества к количеству введенного вещества.

Альтернативой методике введения жидкости шприцем (см. 4.6, 7.3, 7.4) является метод фазовых равновесий, заключающийся в добавлении точно известных объемов градуировочных растворов к сорбенту в неиспользованных чистых сорбционных трубках (или чистого сорбента в растворитель для десорбции) и последующем определении разности концентраций до и после добавления.

Если данные по эффективности десорбции могут быть представлены в виде однородной совокупности, то D вычисляют как среднее суммарное значение. В ином случае данные анализируют и определяют возможность построения на их основе модели с использованием уравнения сглаженной нелинейной кривой. При этом D увеличивается пропорционально отношению массы аналита к массе сорбента. В таких случаях D оценивают с использованием этой кривой. Справочные значения D для отдельных соединений приведены в [2]. Действительные значения должны всегда определяться во время анализа.

Примечания

1 Эффективность десорбции зависит от массы соединения, загружаемого в сорбционную трубку; колебания обычно значительны в тех случаях, когда среднее значение составляет менее 90 %.

2 При использовании методов введения жидкости шприцем и фазовых равновесий может не учитываться высокая влажность, имевшая место во время отбора проб. Адсорбированный водяной пар является фактором, который может быть воспроизведен добавлением воды к сорбенту. Влияние влаги должно быть исследовано, когда отбираются растворимые в воде соединения при высокой влажности воздуха.

3 Метод фазовых равновесий может привести к получению некорректных значений D [5]—[8].

8 Вычисление результатов

8.1 Общие положения

Для логарифмически преобразованных величин зависимости десятичного логарифма высоты или площади пика аналитов строят градуировочный график с учетом поправки на уровень холостых показаний по вертикальной оси от десятичного логарифма массовой концентрации аналита в микрограммах на миллилитр в вводимой аликвоте градуировочных растворов смеси аналитов.

Примечание — Другие методы подгонки по градуировочным точкам градуировочных графиков, такие как линейные, экспоненциальные или полиномиальные, более или менее применимы в зависимости от линейности выходного сигнала детектора и доступности программного обеспечения.

8.2 Массовая концентрация аналита

Массовую концентрацию аналита в отобранном воздухе c_m мг/м^3, вычисляют по формуле

$$c_m = \frac{m_F + m_R - m_B}{DV} 1000, \quad (1)$$

где m_F — масса аналита в реальной пробе (основная секция), определенная в соответствии с 7.3, мг;

m_R — масса аналита в реальной пробе (контрольная секция), определенная в соответствии с 7.3, мг;

m_B — масса аналита в холостой пробе, мг;

D — эффективность десорбции при уровне загрузки трубки для отбора проб, соответствующем m_F, доля;

V — объем отобранной пробы, л.

Примечание — Если необходимо привести концентрации к условиям 25 °С и 101 кПа, то применяют формулу

$$c_c = c_m \frac{101}{p} \frac{(T + 273)}{298}, \quad (2)$$

где c_c — массовая концентрация аналита в отобранном воздухе, приведенная к определенным условиям, мг/м^3;

p — давление отбираемого воздуха, кПа;

T — температура отбираемого воздуха, °С.

8.3 Объемная доля аналита

Объемную долю аналита в воздухе c_v, млн$^{-1}$ (мл/м^3), вычисляют по формуле

$$c_v = c_m \frac{24{,}5}{M} \frac{101}{p} \frac{T + 273}{298}, \quad (3)$$

где M — молекулярная масса аналита, г/моль;

24,5 — молярный объем при температуре 25 °С и давлении 101 кПа.

9 Мешающие вещества

Органические соединения, которые имеют такое же или приблизительно такое же время удерживания, как и анализируемое соединение, влияют на результат газохроматографического анализа. Мешающие влияния могут быть сведены к минимуму путем правильного выбора газохроматографических колонок и условий анализа.

Высокая влажность может влиять на извлечение некоторых соединений из пробоотборных устройств, особенно тех, в которых применяется активированный уголь. В описание метода должны быть включены рекомендации на этот случай.

10 Прецизионность и систематическая погрешность

Прецизионность и систематическая погрешность метода были исследованы NIOSH [9]. В них приводятся значения прецизионности для насоса и анализатора (был взят показатель — коэффициент вариации), которые составляют от 5 % до 10 % в диапазоне от 0,1 до 2,0 предельно допустимого уровня воздействия (ПДУВ), принятых в США. В большинстве случаев значения ПДУВ в США совпадают со значениями ПДУВ в других странах. Если максимальная систематическая погрешность составляет 5 %, то общая неопределенность всегда будет не более 30 % (см. [17]). Однако при использовании некорректных значений эффективности десорбции (см. примечания 7.5) могут возникнуть систематические погрешности, превышающие 5 %.

11 Хранение и транспортирование

Углеводороды и некоторые хлоралканы на угле имеют долговременную стабильность. Для многих полярных соединений на угле долговременная стабильность не известна. Хранение и транспортирование в холодильнике или морозильной камере обычно повышает стабильность соединений при хранении.

12 Протокол измерений

Протокол измерений[1] должен содержать следующую информацию:

a) полную идентификацию пробы;

b) ссылку на настоящий стандарт или другой стандарт;

c) описание места и продолжительности отбора проб, объем отобранного воздуха и любые различия между начальным и конечным расходом воздуха;

d) температуру и барометрическое давление, если это необходимо в соответствии с 6.2;

e) результат анализа, включая единицы измеряемой величины и дату проведения анализа;

f) описание любых особых обстоятельств, замеченных во время анализа;

g) описание любых действий, не установленных настоящим стандартом, или указание стандарта, ссылка на который приведена как необязательная.

13 Контроль качества результатов измерений

Должен соблюдаться соответствующий уровень контроля качества результатов измерений (см. [10], [11] или эквивалентные документы).

Уровень холостых показаний для сорбционной трубки является приемлемым, если уровень шумов не превышает 10 % типичных площадей пиков для аналитов.

Таблица 1 — Опубликованные методы, в которых приведена детальная информация по отбору и анализу конкретных ЛОС — Методы HSE[2]

Наименование метода	Определяемое вещество	Сорбент[a]	Растворитель для десорбции	Номер метода по MDHS [12]
Акрилонитрил	Акрилонитрил	С	CS_2	1
Бензол	Бензол	С	CS_2	17
Сероуглерод	Сероуглерод	С	Толуол	15
Хлорированные углеводороды	Дихлорметан[b] Хлороформ Тетрахлорметан 1,1-Дихлорэтан 1,2-Дихлорэтан 1,1-Дихлорэтилен 1,2-Дихлорэтилен[b] 1,1,1-Трихлорэтан 1,1,2-Трихлорэтан Трихлорэтилен 1,1,2,2-Тетрахлорэтан[c] Тетрахлорэтилен Хлорбензол о-Дихлорбензол	С	CS_2	28
	1,2-Дихлорпропан[b],[c]	С	85:15 циклогексан:ацетон	28
Диоктилфталаты	Ди(2-этилгексил)-фталат 'Диизоктил'фталат	Т[d]	Циклогексан	32
Этилендибромид	Этилендибромид	Т	Гексан	45[e]
Этиленоксид	Этиленоксид	С[f]	CS_2	26

[1] Протокол измерений должен также соответствовать требованиям ИСО/МЭК 17025:2005.

[2] HSE — Исполнительный орган по безопасности и охране труда Соединенного Королевства Великобритании и Северной Ирландии. MDHS — Методы определения опасных веществ.

Окончание таблицы 1

Наименование метода	Определяемое вещество	Сорбент[a)]	Растворитель для десорбции	Номер метода по MDHS [12]
Гликолевые эфиры и ацетаты гликолевых эфиров	2-Бутоксиэтанол 2-Этоксиэтанол 2-Метоксиэтанол 2-Бутоксиэтилацетат 2-Этоксиэтилацетат 2-Метоксиэтилацетат	С	95:5 CH_2Cl_2: метанол	21
Стирол	Стирол	С	CS_2	20
Толуол	Толуол	С	CS_2	36
Винилхлорид	Винилхлорид	С[g)]	CS_2	24

[a)] Использованные сокращения: С — древесный уголь (трубка 100 мг + 50 мг); Т — Tenax (трубка 100 мг + + 50 мг).
[b)] Трубка 400 мг + 200 мг.
[c)] Уголь на основе нефти.
[d)] Трубка 200 мг или 30 мг + 15 мг.
[e)] Анализы посредством газового хроматографа с детектором электронного захвата.
[f)] Древесный уголь JXC, Колумбия.
[g)] Трубка 800 мг + 200 мг.

Таблица 2 — Методы отбора и анализа проб некоторых ЛОС — Методы NIOSH

Наименование метода	Определяемое вещество	Сорбент[a)]	Растворитель для десорбции	Номер метода по NIOSH [2]
Ацетонциангидрин		QS	Этилацетат	2506[b]
Уксусная кислота		С	Муравьиная кислота	1603
Ацетонитрил		С[c)]	85:15 метиленхлорид:метанол	1606
Акрилонитрил		С	98:2 CS_2:ацетон	1604
Спирты I	*трет*-Бутиловый спирт Изопропиловый спирт Этанол	С	99:1 CS_2:2-бутанол	1400
Спирты II	*н*-Бутиловый спирт Изобутиловый спирт *втор*-Бутиловый спирт *н*-Пропиловый спирт	С	99:1 CS_2:2-пропанол	1401
Спирты III	Аллиловый спирт Изоамиловый спирт Метилизобутилкарбинол Циклогексанол Диацетоновый спирт	С	95:5 CS_2:2-пропанол	1402
Спирты IV	2-Бутоксиэтанол 2-Этоксиэтанол 2-Метоксиэтанол	С	95:5 CH_2Cl_2:метанол	1403
Аллилхлорид		С	Бензол	1000

Продолжение таблицы 2

Наименование метода	Определяемое вещество	Сорбент[a)]	Растворитель для десорбции	Номер метода по NIOSH [2]
Алифатические амины	Диэтиламин Диметиламин	S	Раствор H_2SO_4 в 10%-ном водном растворе метанола	2010
Ароматические амины	Анилин *о*-Толуидин 2,4-Ксилидин *N,N,*-Диметил-*п*–толуидин *N,N,*-Диметиланилин	S	95 %-ный этанол	2002
Аминоэтанол, структура I	2-Аминоэтанол 2,2′-Иминодиэтанол 2,2′2,″-Нитрилотриэтанол	S[d)]	80 %-ный метанол	2007
Анизидин		XAD-2[e)]	Метанол	2514[f)]
Бутадиен		C[c)]	Метиленхлорид	1024
Бутилглицидиловый эфир		C	CS_2	1616
Сероуглерод		C[g)]	Толуол	1600[h)]
β-Хлоропрен		C	CS_2	1002
Крезолы и фенол	*о*-Крезол *м*-Крезол *п*-Крезол Фенол	XAD-7	Метанол	2546
Дихлордифторметан и т.п.	Дихлордифторметан 1,2-Дихлортетрафторэтан Хлордифторметан	C[i)]	Метиленхлорид	1018
Дихлорфторметан		C[j)]	CS_2	2516
1,1-Дихлор-1-нитроэтан		C	CS_2	1601
Дифтордибромметан		C[k)]	2-Пропанол	1012
Диметилацетамид		S	Метанол	2004
Диметилсульфат		P	Диэтиловый эфир	2524[l)]
Диоксан		C	CS_2	1602
Дифенил		T[m)]	Тетрахлорметан	2530
Эпихлоргидрин		C	CS_2	1010
Эфиры I	*н*-Амилацетат *н*-Бутилацетат 2-Этоксиэтилацетат Этилакрилат Метилизоамилацетат *н*-Пропилацетат Изобутилацетат *втор*-Амилацетат *втор*-Бутилацетат Изоамилацетат	C	CS_2	1450

Продолжение таблицы 2

Наименование метода	Определяемое вещество	Сорбент[a)]	Растворитель для десорбции	Номер метода по NIOSH [2]
Этилацетат		C	CS_2	1457
Этилбромид		C	2-Пропанол	1011
Этилхлорид		C[c)]	CS_2	2519
Этиленхлоргидрин		C[n)]	95:5 CS_2:2-пропанол	2513
Этилендибромид		C	99:1 бензол:метанол	1008
Этиловый эфир		C	CS_2	1610
Этилформиат		C	CS_2	1452
Фтортрихлорметан		C[c)]	CS_2	1006
Фурфуриловый спирт		Q	Ацетон	2505
Глицидол		C	Тетрагидрофуран	1608
Гексахлорбутадиен		XAD-2	Гексан	2543[o)]
Гексахлор-1,3-циклопентадиен		T[p)]	Гексан	2518[o)]
Углеводороды с температурой кипения от 36 °C до 126 °C	Бензол, толуол, углеводороды от пентана до октана Циклогексан Метилциклогексан	C	CS_2	1500
Углеводороды ароматические	Бензол Кумол Нафталин α-Метилстирол Стирол Винилтолуол *п-трет*-Бутилтолуол Этилбензол Толуол Ксилол	C	CS_2	1501
Углеводороды галоидзамещенные	Хлороформ Тетрахлорэтилен *о-* и *п*-Дихлорбензол Бромоформ Метилхлороформ Хлорбромметан 1,2-Дихлорэтан 1,1,1-Трихлорэтан 1,1,2-Трихлорэтан 1,2-Дихлорэтилен Тетрахлорэтилен Тетрахлорметан Этилендихлорид Хлорбензол Гексахлорэтан 1,2,3-Трихлорпропан	C	CS_2	1003
Изофорон		C[n)]	CS_2	2508

Продолжение таблицы 2

Наименование метода	Определяемое вещество	Сорбент[a)]	Растворитель для десорбции	Номер метода по NIOSH [2]
Изопропилацетат		C	CS_2	1454
Изопропиловый эфир		C	CS_2	1618
Изопропилглицидиловый эфир		C	CS2	1620
Кетоны I	Ацетон Циклогексанон Диизобутилкетон 2-Гексанон Метилизобутилкетон 2-Пентанон	C	CS_2	1300
Кетоны II	Камфора Этилбутилкетон Мезитилоксид 5-Метил-3-гептанон Метил-*н*-амилкетон	C	99:1 CS_2: метанол	1301
Метанол		S[q)]	5 %-ный водный раствор 2-пропанола	2000
Метилацетат		C	CS_2	1458
Метилакрилат		C	CS_2	1459
Метилаль		C	Гексан	1611
Метилцеллозольвацетат	2-Метоксиэтилацетат	C	CS_2	1451
Метилхлорид		C[i)]	Метиленхлорид	1001
Метилциклогексанол		C	Метиленхлорид	1404
Метициклогексанон		Q	Ацетон	2521
Метиленхлорид	Дихлорметан	C[r)]	CS_2	1005
Метилметакрилат		XAD-2[c)]	CS_2	2537
Метил-*трет*-бутиловый эфир		C[c)]	CS_2	1615
Метилйодид		C	Толуол	1014
Лигроины	Керосин Бензин Растворитель каучука Растворитель Стоддарда и т.п.	C	CS_2	1550
Никотин		XAD-2	Этилацетат	2544[b)]
Никотин		XAD-4	Этилацетат + 0,01 % триэтиламина	2551[b)]
Нитроароматические соединения	Нитробензол Нитротолуол(ы) 4-Хлорнитротолуол	S	Метанол	2005
Нитроэтан		XAD-2[s)]	Этилацетат	2526
2-Нитропропан		106	Этилацетат	2528

Продолжение таблицы 2

Наименование метода	Определяемое вещество	Сорбент[a)]	Растворитель для десорбции	Номер метода по NIOSH [2]
Нитроглицерин и этиленгликольдинитрат		T	Этанол	2507
N-Метил-2-пирролидон		C	95:5 Метиленхлорид/метанол	1302
Октан-1-тиол		T	Ацетон	2510[b)]
Пентахлорэтан		R	Гексан	2517[o)]
Фениловый эфир		C	CS_2	1617
Смесь фениловый эфир/дифенил		S	Бензол	2013
Фенилглицидиловый эфир		C	CS_2	1619
Пропилендихлорид	1,2-Дихлорпропан	C[n)]	85:15 Циклогексан:ацетон	1013[l)]
Пропиленоксид		C	CS_2	1612
Пиридин		C	Метиленхлорид	1613
Терпены	Лимонен α-Пинен β-Пинен 3-Карен	C	CS_2	1552
1,1,2,2-Тетрабромэтан		S	Тетрагидрофуран	2003
1,1,1,2-Тетрахлор-2,2-дифторэтан и т.п.	1,1,1,2-Тетрахлор-2,2-дифторэтан 1,1,2,2-Тетрахлор-1,2-дифторэтан	C	CS_2	1016
1,1,2,2-Тетрахлорэтан		C[n)]	CS_2	1019
Тетрагидрофуран		C	CS_2	1609
Трихлорэтилен		C	CS_2	1022
1,1,2-Трихлор-1,2,2-трифторэтан		C	CS_2	1020
Трифторбромметан		C[i)]	Метиленхлорид	1017
Терпентин		C	CS_2	1551
Винилацетат		CMS	95:5 метиленхлорид:метанол	1453
Винилбромид		C[c)]	Этанол	1009
Винилхлорид		C[k)]	CS_2	1007
Винилиденхлорид	1,1-Дихлорэтен	C	CS_2	1015

[a)] Использованные сокращения: C — древесный уголь (трубка 100 мг + 50 мг); CMS — углеродное молекулярное сито (трубка 160 мг + 80 мг); P — Porapak P (трубка 100 мг + 50 мг); Q — Porapak Q (трубка 150 мг + 75 мг); QS — Porapak QS (трубка 100 мг + 50 мг); R — Porapak R (трубка 70 мг + 35 мг); S — Силикагель (трубка 150 мг + + 75 мг); T — Tenax (трубка 100 мг + 50 мг); 106 — Chromosorb 106 (трубка 100 мг + 50 мг); XAD-2 — (трубка 100 мг + + 50 мг); XAD-4 — (трубка 80 мг + 40 мг); XAD-7 — (трубка 100 мг + 50 мг).

Окончание таблицы 2

b) Анализ посредством газового хроматографа с азотно-фосфорным детектором.
c) Трубка 400 мг + 200 мг.
d) Трубка 300 мг + 150 мг.
e) Трубка 150 мг + 75 мг.
f) Анализ посредством высокоэффективного жидкостного хроматографа с ультрафиолетовым детектором.
g) Используют впереди осушительный патрон с сульфатом натрия.
h) Анализ посредством газового хроматографа с пламенно-фотометрическим детектором.
i) Две трубки 400/200 мг + 100/50 мг.
j) Две трубки 400/200 мг + 400/200 мг.
k) Две трубки 150 мг + 150 мг.
l) Анализ посредством газового хроматографа с детектором по электропроводности (Холла).
m) Трубка 20 мг + 10 мг.
n) Уголь на основе нефти.
o) Анализ посредством газового хроматографа с детектором электронного захвата.
p) Две трубки 75 мг + 25 мг.
q) Трубка 100 мг + 50 мг.
r) Две трубки 100/50 мг + 100/50 мг.
s) Трубка 600 мг + 400 мг.

Таблица 3 — Индексы удерживания некоторых летучих органических соединений на фазах BP-1 и BP-10

Летучее органическое соединение	BP-1	Летучее органическое соединение	BP-10
Пропан	300	Пропан	300
Дихлордифторметан (Фреон 12)	311	Дихлордифторметан (Фреон 12)	318
Метилхлорид	348	1,2-Дихлор-1,1,2,2-тетрафторэтан (Фреон 114)	353
1,2-Дихлор-1,1,2,2-тетрафторэтан (Фреон 114)	359	Изобутан	359
Изобутан	364	Бутан	400
Метанол	370	Метилхлорид	402
Хлорэтен (винилхлорид)	378	Хлорэтен (винилхлорид)	420
Бутан	400	2-Метилбутан	478
Метилбромид	421	Метилбромид	482
Этилхлорид	434	Этилхлорид	492
Этанол	450	Метанол	500
Ацетонитрил	470	Пентан	500
Трихлорфторметан (Фреон 11)	482	Трихлорфторметан (Фреон 11)	503
Энфлюран	486	2,2-Диметилбутан	528
Ацетон	487	1,1,2-Трихлор-1,2,2-трифторэтан	528
2-Метилбутан	488	Дихлорфторметан (Фреон 21)	532
Изопропанол	488	Диметилэтаноламин	553
Дихлорфторметан (Фреон 21)	491	Пропиленоксид	553
Пентан	500	1,1-Дихлорэтен (винилиденхлорид)	555
Диметоксиметан	511	Этанол	559
Метилацетат	511	2-Метилпентан	561
1,1-Дихлорэтен (винилиденхлорид)	513	2,3-Диметилбутан	561
Дихлорметан	514	3-Метилпентан	582

Продолжение таблицы 3

Летучее органическое соединение	ВР-1	Летучее органическое соединение	ВР-10
1,1,2-Трихлор-1,2,2-трифторэтан (Фреон 113)	524	Ацетон	589
2,2-Диметилбутан	532	*н*-Гексан	600
н-Пропанол	539	Изопропанол	601
Галотан	541	Метилацетат	603
Винилацетат	560	Энфлюран	607
Циклопентан	562	Дихлорметан	608
2-Метилпентан	563	Ацетонитрил	637
2,3-Диметилбутан	563	Метилциклопентан	642
2-Бутанон	571	Галотан	644
3-Метилпентан	579	Винилацетат	644
цис-1,2-Дихлорэтен	592	2-Метилгексан	662
Этилацетат	596	*н*-Пропанол	665
Хлороформ	600	2,3-Диметилпентан	669
н-Гексан	600	3-Метилгексан	673
Изобутанол	610	Циклогексан	676
Метоксиэтанол	616	Этилацетат	685
1,2-Дихлорэтан	627	*цис*-1,2-Дихлорэтен	685
Метилциклопентан	627	2,2,4-Триметилпентан	687
1,1,1-Трихлорэтан	634	Метилакрилат	690
н-Бутанол	643	2-Бутанон	693
Изопропилацетат	643	1,1,1-Трихлорэтан	693
Бензол	652	Тетрахлорметан	697
1-Метокси-2-пропанол (PGME)	658	Хлороформ	700
Циклогексан	662	*н*-Гептан	700
Тетрахлорметан	663	Циклогексен	712
2-Метилгексан	664	Бензол	723
2,3-Диметилпентан	668	Изопропилацетат	727
3-Метилгексан	674	Изобутанол	739
Циклогексен	678	2,4-Диметилгексан	736
1,2-Дихлорпропан	684	Метилциклогексан	736
трет-Бутилацетат	687	1,2-Дихлорэтан	745
2,2,4-Триметилпентан	691	Метоксиэтанол	755
Трихлорэтен	691	Трихлорэтен	755
Этоксиэтанол	695	*трет*-Бутилацетат	763
н-Пропилацетат	695	2-Метилгептан	768
Метилметакрилат	696	1-Метокси-2-пропанол	773
н-Гептан	700	3-Метилгептан	774

Продолжение таблицы 3

Летучее органическое соединение	ВР-1	Летучее органическое соединение	ВР-10
Метоксифлюран	706	*н*-Бутанол	777
цис-1,2-Дихлорпропен	720	1,2-Дихлорпропан	778
Метилизобутилкетон	723	Метилметакрилат	782
Метилциклогексан	728	*н*-Пропилацетат	784
2,4-Диметилгексан	735	*н*-Октан	800
1-Этокси-2-пропанол	738	Метоксифлюран	806
транс-1,2-Дихлорпропен	739	2,4-Диметилгептан	820
втор-Бутилацетат	745	Этоксиэтанол	820
1,1,2-Трихлорэтан	747	*цис*-1,2-Дихлорпропен	821
2-Этокси-1-пропанол	754	*втор*-Бутилацетат	823
Изобутилацетат	757	Толуол	825
Толуол	761	Метилизобутилкетон	831
2-Метилгептан	765	Изобутилацетат	840
Гексаналь	777	1-Этокси-2-пропанол	843
Диэтиленгликольдиэтиловый эфир	783	Тетрахлорэтен	846
1,2-Дибромэтан	787	Диэтиленгликольдиэтиловый эфир	854
Пропоксиэтанол	790	*транс*-1,2-Дихлорпропен	862
н-Бутилацетат	795	3-Метилоктан	872
н-Октан	800	1,1,2-Трихлорэтан	876
Фурфурол	803	*н*-Бутилацетат	883
Метоксиэтилацетат	807	Гексаналь	891
Тетрахлорэтен	807	*н*-Нонан	900
2,4-Диметилгептан	824	ди-*н*-Бутиловый эфир	905
Фурфуриловый спирт	830	1,2-Дибромэтан	905
Хлорбензол	837	Пропоксиэтанол	913
Диацетоновый спирт	842	Этилбензол	922
1-Метокси-2-пропилацетат	843	Хлорбензол	922
Этилбензол	855	*п*-Ксилол	929
Амилацетат	859	*м*-Ксилол	929
п-Ксилол	864	Метоксиэтилацетат	940
м-Ксилол	864	Изомер амилацетата	948
4-Метилоктан	865	Изомер амилацетата	951
Аллилглицидиловый эфир	868	*о*-Ксилол	960
Циклогексанон	871	α-Пинен	962
3-Метилоктан	873	Стирол	968
Тетрагидрофурфуриловый спирт	874	Изопропилбензол (кумол)	983
Этоксиэтилацетат	876	Фурфураль	987

Продолжение таблицы 3

Летучее органическое соединение	ВР-1	Летучее органическое соединение	ВР-10
Стирол	881	Аллилглицидиловый эфир	999
1,1,2,2-Тетрахлорэтан	886	*н*-Декан	1000
о-Ксилол	887	Этоксиэтилацетат	1002
Бутоксиэтанол	890	*н*-Метил-2-пирролидон	1009
н-Нонан	900	Циклогексанол	1010
Изопропилбензол	919	*н*-Пропилбензол	1014
Бромбензол	921	Бутоксиэтанол	1015
Этандиолмоноацетат	925	Фурфуриловый спирт	1019
2-Метилциклогексанон	930	*м*-Этилтолуол	1022
3-Метилциклогексанон	931	Фурфуриловый спирт	1023
4-Метилциклогексанон	937	*п*-Этилтолуол	1023
Бензальдегид	940	1,3,5-Триметилбензол	1029
α-Пинен	941	Циклогексанон	1030
н-Пропилбензол	949	1,1,2,2-Тетрахлорэтан	1045
Фенол	951	Этандиолмоноацетат	1046
м-Этилтолуол	956	*о*-Этилтолуол	1047
п-Этилтолуол	958	α-Метилстирол	1050
1,3,5-Триметилбензол	963	2-Метилциклогексанон	1060
3-Метилнонан	972	1,2,4-Триметилбензол	1060
α-Метилстирол	972	3-Метилциклогексанон	1088
о-Этилтолуол	975	4-Метилциклогексанон	1095
1,2,4-Триметилбензол	990	1,2,3-Триметилбензол	1097
Хлорбензол	996	*п*-Дихлорбензол	1099
Хлорбензол	997	*н*-Ундекан	1100
н-Декан	1000	1-Метил-2-изопропилбензол	1104
п-Дихлорбензол	1004	Бензальдегид	1105
п-Дихлорбензол	1004	1,3-Диэтилбензол	1111
н-Метил-2-пирролидон	1009	Индан	1117
1,2,3-Триметилбензол	1019	Пропенилбензол	1117
о-Дихлорбензол	1027	1,4-Диэтилбензол	1118
о-Крезол	1027	*н*-Бутилбензол	1120
Индан	1033	Хлорбензол	1128
1-Метил-2-изопропилбензол	1034	Этандиолдиацетат	1130
Инден	1039	о-Дихлорбензол	1135
Пропенилбензол	1041	1,3-Диметил-4-этилбензол	1146
п-Крезол	1047	Инден	1147

Окончание таблицы 3

Летучее органическое соединение	BP-1	Летучее органическое соединение	BP-10
м-Крезол	1047	Хлорбензол	1162
1,4-Диэтилбензол	1051	Бутоксиэтилацетат	1185
н-Бутилбензол	1052	*н*-Додекан	1200
Бутоксиэтилацетат	1061	Фенол	1222
1,3-Диметил-4-этилбензол	1075	1,1,2,3,4,4-Гексахлор-1,3-бутадиен	1270
Винилпирролидон	1077	*о*-Крезол	1274
Нонаналь	1085	2,6-Ксиленол	1296
2,6-Ксиленол	1093	Тридекан	1300
н-Ундекан	1100	Этилгексилметакрилат	1308
Изофорон	1113	Изофорон	1308
2,4-Ксиленол	1127	*п*-Крезол	1311
2,5-Ксиленол	1127	*м*-Крезол	1311
Деканаль	1129	Винилпирролидон	1322
3,5-Ксиленол	1144	Нафталин	1328
2,3-Ксиленол	1158	2,4-Ксиленол	1360
3,4-Ксиленол	1171	2,5-Ксиленол	1360
2-(Изопропил)фенол	1175	2,3-Ксиленол	1400
Нафталин	1196	3,5-Ксиленол	1400
н-Додекан	1200	*н*-Тетрадекан	1400
Этилгексилакрилат	1215	Тетрагидрофурфурилметакрилат	1400
1,1,2,3,4,4-Гексахлор-1,3-бутадиен	1223	3,4-Ксиленол	1434
н-Тридекан	1300	2-Метилнафталин	1447
2-Метилнафталин	1310	1-Метилнафталин	1470
1-Метилнафталин	1328	*н*-Пентадекан	1500
2,6-*бис*(Изопропил)фенол	1346	2,6-*бис*(Изопропил)фенол	1524
Бифенил	1388	Бифенил	1538
н-Тетрадекан	1400	*н*-Гексадекан	1600
н-Пентадекан	1500		
н-Гексадекан	1600		

Примечания

1 Значения индексов удерживания, приведенные в настоящей таблице, были получены Лабораторией Исполнительного органа по безопасности и охране труда Соединенного Королевства Великобритании и Северной Ирландии (HSL). Большинство ЛОС, указанных в таблицах 1 и 2, приведены в настоящей таблице, однако не существует четкого соответствия этих таблиц.

2 Газохроматографические индексы удерживания, основанные на *н*-алканах, указывают на порядок элюирования, но их абсолютные значения зависят от условий хроматографического анализа. Большинство значений получено при условиях хроматографического анализа, приведенных в 7.4. Значения, полученные интерполяцией, зависят от режима температурного программирования и других факторов. Они обычно воспроизводятся в пределах ± 5 единиц на эквивалентных фазах и в аналогичных условиях.

3 Индексы удерживания для 150 бензиновых углеводородов на фазе OV1701, эквивалентной BP-10, приведены в MDHS 60 [13].

Приложение А
(справочное)

Типы сорбентов

Таблица А.1

Тип сорбента[1)]	Описание
Уголь	На основе кокосовой скорлупы
Уголь	На основе нефти
Anasorb 727[1)]	Гранулированный микропористый полимер с гидрофобной поверхностью
Chromosorb 106[1)]	Гранулированный микропористый полимер с гидрофобной поверхностью
Anasorb 747[1)]	Гранулированный активированный уголь, полученный из битума, являющегося генеалогическим предшественником нефти
Силикагель	—
Tenax TA[1)]	Поли(дифенилоксид)
Porapak R[1)]	—

[1)] Anasorb™ — торговый знак SKC Inc., США.
Chromosorb™ — торговый знак Manville Corp., США.
Tenax™ — торговый знак научно-исследовательского института Enka NV, Нидерланды.
Porapak™ — торговый знак Waters Associates Inc. США.

Сорбенты являются примерами подходящей продукции, имеющейся в продаже. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой ИСО указанной продукции. Возможно использование эквивалентной продукции, если может быть доказано, что она позволяет получить аналогичные результаты. Anasorb 727 и Chromosorb 106 полагаются эквивалентными.

Приложение В
(справочное)

Эквивалентность газохроматографических неподвижных фаз

Таблица В.1

Наименование компании	Фазы, эквивалентные BP-1[a)]	Фазы, эквивалентные BP-10[a)]
SGE	BP-1	BP-10
Chrompack	CP-Sil 5 CB	CP-Sil 19 CB
J & W	DB-1	DB-1701
Supelco	SPB-1	SPB-1701
Hewlett-Packard	HP-1	HP-1701
Restek	Rtx-1	Rtx-1701
Quadrex	007-1	007-1701

[a)] При аналогичном времени удерживания на двух колонках газового хроматографа толщина пленки в колонке BP-10 (или эквивалентной) должна составлять половину толщины пленки в колонке BP-1 (или эквивалентной).

Приложение С
(справочное)

Определение объема «проскока»

С.1 Определение

Объем «проскока» для сочетания сорбционная трубка — аналит является объемом отобранной смеси паров в воздухе, которая может пройти через основную секцию сорбционной трубки до того, как элюированное содержание паров аналита (ЛОС) достигнет 5 %-ного уровня его содержания в подаваемой смеси.

С.2 Реактивы

С.2.1 Градуировочные смеси паров ЛОС в воздухе, приготовляемые динамическим методом

Градуировочные смеси паров ЛОС в воздухе приготавливают в соответствии с 4.5. Температура подаваемой смеси заданной концентрации должна быть типичной для предполагаемого использования пробоотборного устройства.

С.3 Аппаратура

С.3.1 Сорбционная трубка

Используют сорбционную трубку, указанную в 5.1, но без контрольной секции.

С.3.2 Расходомер с диапазоном измерений от 20 до 200 мл/мин.

С.3.3 Пламенно-ионизационный детектор.

С.4 Методика

С.4.1 Собирают линию отбора проб, состоящую из динамического генератора градуировочной газовой смеси (С.2.1), позволяющего получать массовую концентрацию, вдвое превышающую соответствующий предел экспонирования для аналита, сорбционной трубки (С.3.1), расходомера (С.3.2) и детектора (С.3.3).

С.4.2 Градуировочную смесь пропускают через линию отбора проб при известном постоянном расходе в диапазоне от 20 до 200 мл/мин. В этом диапазоне устанавливают расход градуировочной смеси, который соответствует расходу, выбранному при отборе проб (см. раздел 6). Фиксируют время начала подачи градуировочной газовой смеси. При появлении паров ЛОС на детекторе появится соответствующий выходной сигнал. Регистрацию выходного сигнала продолжают до тех пор, пока не будет достигнуто плато, соответствующее массовой концентрации аналита в подаваемой газовой смеси, или пока выходной сигнал, соответствующий данному аналиту, не будет полностью зарегистрирован. Определяют время, за которое было достигнуто 5 % значения плато.

Обычно мертвый объем линии отбора проб значительно меньше по сравнению с объемом «проскока». Если это не так, то мертвый объем определяют путем повторного определения с использованием незаполненной сорбционной трубки в линии отбора проб и последующей корректировкой результата.

С.4.3 Влияние влаги на объем «проскока» определяют путем увлажнения газового потока до относительной влажности приблизительно 80 % и повторением операций по С.4.2. Газовый поток увлажняют путем пятикратного разбавления исходного газового потока с концентрацией, полученной по С.4.1, потоком чистого воздуха с относительной влажностью 100 % в соотношении 1:4 по объему. Для увлажнения потока газа, содержащего ЛОС, его не пропускают через воду.

Примечание — Установленное значение относительной влажности (80 %) было получено на практике: это не означает, что метод не пригоден при более высокой относительной влажности, в этом случае особое внимание уделяют ограничению объемов проб (см. раздел 6).

С.5 Вычисление результатов

Объем «проскока» вычисляют умножением расхода, в литрах в минуту, на время, в минутах, за которое было достигнуто 5 % значения плато.

Приложение D
(справочное)

Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным международным стандартам

Таблица D.1

Обозначение ссылочного международного документа	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
EH 1232	*
EH 1540	*
ИСО/МЭК 17025:2005	ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2006 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий
* 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] US Occupational Safety and Health Administration. OSHA Manual of analytical methods: USDOL/OSHA 1989, plus updates

[2] NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th edition 1994, US Dept of Health and Human Services, Publication 94—113, plus updates

[3] Turner, B.C. and Glotfelty, D.E. Field sampling of pesticide vapours with polyurethane foam. Anal. Chem. 49, 1977, pp. 7-10

[4] prEN XXXX, Workplace atmospheres — Guide for the application and use of procedures and devices for the assessment of chemical and biological agents

[5] Krajewski, J., Gromiec, J. and Dobecki, M. Comparison of methods for determination of desorption efficiencies, Am. Ind. Hyg. Assoc. J., 41, 1980, pp. 531—534

[6] Posner, J.C. and Okenfuss, J.R. Desorption of organic analytes from activated carbon, I: Factors affecting the process, Am. Ind. Hyg. Assoc. J., 42, 1981, pp. 643—646

[7] Posner, J.C. and Okenfuss, J.R. Desorption of organic analytes from activated carbon, II: Dealing with the problems, Am. Ind. Hyg. Assoc. J., 42, 1981, pp. 647—652

[8] McMurray, J.D., Stoll, I., Mitchell, K.M. and Zwicki, R.D. Evaluation of desorption efficiency methods for acetone, Am. Ind. Hyg. Assoc. J., 50, 1989, pp. 520—525

[9] Taylor, D.G., Kupel, R.E. amd Bryant, J.M. Documentation of the NIOSH Validation Tests. NIOSH, Cincinnati, OH, USA, 1977

[10] Health and Safety Executive (1991). Methods for the Determination OF Hazardous Substances. Analytical quality in workplace air monitoring. MDHS 71. HSE: London, 1991 ISBN 0 7176 0366 0

[11] Botnick, E.L., Suga, R.S. and White K.T. (eds.). Laboratory Quality Assurance Manual. 2nd edition. AIHA Press, Fairfax, VA, USA, 1997

[12] Health and Safety Executive. Methods for the Determination OF Hazardous Substances. Mixed hydrocarbons (C_3 to C_{10}) in air. MDHS 60, HMSO: London, 1992 ISBN 0 11 885998 6

[13] ISO 5725 (all parts) Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results

[14] ISO 6141:2000 Gas analysis — Requirements for certificates for calibration gases and gas mixtures

[15] ISO 6145 (all parts) Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures — Dynamic volumetric methods

[16] ISO 6349 Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures — Permeation method

[17] EN 482 Workplace atmospheres — General requirements for performance of procedures for the measurement of chemical agents

[18] EN 1076 Workplace atmospheres — Pumped sorbent tubes for the determination of gases and vapours — Requirements and test methods

УДК 504.3:006.354 ОКС 13.040.20 Т58

Ключевые слова: воздух, качество, рабочая зона, летучие органические соединения, десорбция растворителем, газовая хроматография, отбор проб, метод прокачки

Редактор *О.В. Гелемеева*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 28.08.2007. Подписано в печать 19.09.2007. Формат 60x84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 3,72. Уч.-изд. л. 2,90. Тираж 400 экз. Зак. 711.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6

gost.e-ecolog.ru