ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 16000-6— 2007

ВОЗДУХ ЗАМКНУТЫХ ПОМЕЩЕНИЙ

Часть 6

Определение летучих органических соединений в воздухе замкнутых помещений и испытательной камеры путем активного отбора проб на сорбент Tenax TA с последующей термической десорбцией и газохроматографическим анализом с использованием МСД/ПИД

ISO 16000-6:2004
Indoor air — Part 6: Determination of volatile organic compounds in indoor and test chamber air by active sampling on Tenax TA sorbent, thermal desorption and gas chromatography using MS/FID
(IDT)

Издание официальное

БЗ 2—2007/414

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 28 марта 2007 г. № 55-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 16000-6:2004 «Воздух замкнутых помещений. Часть 6. Определение летучих органических соединений в воздухе замкнутых помещений и испытательной камеры путем активного отбора проб на сорбент Tenax TA с последующей термической десорбцией и газохроматографическим анализом с использованием МСД/ПИД» (ISO 16000-4:2004 «Indoor air — Part 6: Determination of volatile organic compounds in indoor and test chamber air by active sampling on Tenax TA sorbent, thermal desorption and gas chromatography using MS/FID»).

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

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 Термины и определения . . . 2
4 Сущность метода . . . 2
5 Реактивы и материалы . . . 3
6 Аппаратура . . . 4
7 Подготовка и хранение сорбционных трубок . . . 5
8 Калибровка насоса . . . 6
9 Отбор проб . . . 6
10 Анализ . . . 7
11 Идентификация отдельных летучих органических соединений . . . 8
12 Содержание анализируемых веществ в отобранном воздухе . . . 8
13 Характеристики . . . 10
14 Протокол измерений . . . 11
15 Контроль качества результатов измерений . . . 11
Приложение А (справочное) Примеры веществ, обнаруживаемых в воздухе замкнутых помещений и выделяемых строительными материалами в испытательных камерах . . . 12
Приложение В (справочное) Гарантированные объемы проб для паров некоторых органических соединений, отобранных на Tenax TA . . . 17
Приложение С (справочное) Стойкость при хранении извлеченных веществ в сорбционных трубках с Tenax TA . . . 19
Приложение D (справочное) Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным международным стандартам . . . 21
Библиография . . . 22

Введение

В ИСО 16000-1 установлены общие требования к измерению содержания загрязняющих веществ в воздухе замкнутых помещений, а также условия, которые необходимо соблюдать при подготовке к отбору и во время отбора проб отдельных загрязняющих веществ или групп загрязняющих веществ. В других частях комплекса стандартов ИСО 16000 установлены требования к отбору проб и анализу конкретных загрязняющих веществ или групп загрязняющих веществ, которые следует учитывать при разработке методики проведения отбора проб.

В настоящее время разрабатывается ИСО 16000-5, устанавливающий методику проведения отбора проб летучих органических соединений (ЛОС) в воздухе замкнутых помещений, который является связующим звеном между ИСО 16000-1 и методиками анализа, установленными в настоящем стандарте.

к ГОСТ Р ИСО 16000-6—2007 Воздух замкнутых помещений. Часть 6. Определение летучих органических соединений в воздухе замкнутых помещений и испытательной камеры путем активного отбора проб на сорбент Tenax TA с последующей термической десорбцией и газохроматографическим анализом с использованием МСД/ПИД

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Пункт 4	(ISO 16000-4:2004)	(ISO 16000-6:2004)

(ИУС № 8 2007 г.)

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВОЗДУХ ЗАМКНУТЫХ ПОМЕЩЕНИЙ

Часть 6

Определение летучих органических соединений в воздухе замкнутых помещений и испытательной камеры путем активного отбора проб на сорбент Tenax TA с последующей термической десорбцией и газохроматографическим анализом с использованием МСД/ПИД

Indoor air. Part 6. Determination of volatile organic compounds in indoor and test chamber air by active sampling on Tenax TA sorbent, thermal desorption and gas chromatography using MS/FID

Дата введения — 2007—10—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения летучих органических соединений (ЛОС) в воздухе замкнутых помещений, а также в воздухе, отобранном для определения выделения ЛОС строительными материалами, с использованием испытательных камер и ячеек. Метод основан на использовании сорбента Tenax TA[1)] с последующей термической десорбцией и газохроматографическим анализом [1].

Метод применяют при измерениях неполярных и слабополярных ЛОС в диапазоне массовой концентрации от нескольких микрограммов на кубический метр до нескольких миллиграммов на кубический метр. С использованием основных положений этого метода также может быть проведен анализ некоторых высоколетучих соединений и среднелетучих органических соединений.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ИСО 16000-1:2004 Воздух замкнутых помещений. Часть 1. Отбор проб. Общие положения

ИСО 16017-1:2000 Воздух замкнутых помещений, атмосферный и рабочей зоны. Отбор проб и анализ летучих органических соединений с помощью сорбционной трубки с последующей термической десорбцией и капиллярной газовой хроматографией. Часть 1. Отбор проб методом прокачки

ИСО 16000-9:2006 Воздух замкнутых помещений. Часть 9. Определение содержания летучих органических соединений, выделяемых строительными материалами и мебелью. Метод с применением эмиссий в испытательной камере

ИСО 16000-10:2006 Воздух замкнутых помещений. Часть 10. Определение содержания летучих органических соединений, выделяемых строительными материалами и мебелью. Метод испытания с применением эмиссий в ячейке

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

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями.

3.1 **среднелетучее органическое соединение;** СЛОС (semi-volatile organic compound; SVOC): Органическое соединение, температура кипения которого находится в диапазоне от (240—260) °С до (380—400) °С.

Примечания

1 Классификация летучих органических соединений установлена Всемирной организацией здравоохранения.

2 Температуру кипения некоторых СЛОС трудно или невозможно определить из-за того, что они разлагаются до начала кипения при атмосферном давлении. Давление насыщенного пара также является критерием классификации летучести соединений, который может быть использован для классификации органических веществ [2]. СЛОС при температуре 25 °С имеют давление насыщенного пара от 10^{-2} до 10^{-8} кПа.

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

Примечание — Температуру кипения некоторых ЛОС трудно или невозможно определить из-за того, что они разлагаются до начала кипения при атмосферном давлении. Давление насыщенного пара также является критерием летучести органических соединений, который может быть использован для классификации органических веществ [2]. Обычно ЛОС при температуре 25 °С имеют давление насыщенного пара более 10^2 кПа.

3.3 **высоколетучее органическое соединение;** ВЛОС (very volatile organic compound; VVOC): Органическое соединение, температура кипения которого находится в диапазоне от менее 0 °С до (50—100) °С.

Примечание — Температуру кипения некоторых ВЛОС трудно или невозможно определить из-за того, что они разлагаются до начала кипения при атмосферном давлении. Давление насыщенного пара также является критерием классификации летучести соединений, который может быть использован для классификации органических веществ [2]. Обычно ВЛОС при температуре 25 °С имеют давления насыщенного пара более 15 кПа [2].

3.4 **общие летучие органические соединения;** ОЛОС (total volatile organic compound; TVOC): Сумма органических соединений, отобранных на Tenax TA, которые элюируются на хроматограмме между пиками *н*-Гексана и *н*-Гексадекана включительно, обнаруживаются пламенно-ионизационным детектором или масс-спектрометрическим детектором и количественно определяются путем пересчета суммы площадей всех хроматографических пиков на толуол.

Примечание — Несмотря на то, что настоящий стандарт устанавливает метод определения индивидуальных ЛОС, на практике обычно определяют единичное значение массовой концентрации, характеризующее общее количество ЛОС, присутствующих в воздухе. Это значение называют значением ОЛОС (см. 12.2 и раздел 14). Следует подчеркнуть, что полученное данным методом значение массовой концентрации ОЛОС зависит от используемых методов отбора и анализа проб, поэтому оно должно быть приведено с учетом характеристик этих методов.

4 Сущность метода

Определенный объем воздуха отбирают в помещении для оценки качества воздуха или для оценки выделений из испытательной камеры (см. ИСО 16000-9) или испытательной ячейки для определения загрязняющих веществ (см. ИСО 16000-10) путем прокачивания через одну (или более) трубку, содержащую сорбент Tenax TA. Летучие органические соединения удерживаются сорбционной трубкой и впоследствии анализируются в лаборатории. Собранные ЛОС десорбируются при нагревании и переносятся в атмосфере инертного газа-носителя через охлаждаемую/сорбционную ловушку на вход в газовый хроматограф (далее — ГХ), оснащенный одной или несколькими капиллярными колонками и пламенно-ионизационным и/или масс-спектрометрическим детектором. Основные принципы отбора и анализа проб приведены в ИСО 16017-1.

5 Реактивы и материалы

5.1 ЛОС, используемые для калибровки[1)].

5.2 Растворитель для приготовления градуировочного раствора для ввода в сорбент.

Используют растворитель для хроматографии. Он не должен содержать соединений, которые элюируются вместе с определяемым(и) соединением(ями) (см. 5.1).

Примечание — В большинстве случаев выгоднее использовать более летучий растворитель по сравнению с анализируемыми ЛОС. Чаще всего этим критериям соответствует метанол. Данные по безопасности и влиянию органических соединений на здоровье людей приведены, например, в международных данных по химической безопасности (ICSCs).

5.3 Tenax TA с размером частиц от 0,18 до 0,25 мм (от 60 до 80 меш).

Tenax TA представляет собой пористый полимер на основе 2,6-Дифениленоксида. Промышленный Tenax TA содержит некоторое количество примесей, которые должны быть удалены перед его использованием для отбора проб ЛОС. Очистку Tenax TA проводят путем тепловой обработки в потоке чистого газа-носителя. Условия очистки должны быть такими, чтобы не происходило деструкции полимера, например, в течение не менее 18 ч при температуре 330 °С и расходе газа-носителя 100 мл/мин для заполненных сорбционных трубок. Заполняют сорбционные трубки предварительно очищенным Tenax TA, плотно закрывают и хранят в закрытом герметичном контейнере. Качество очистки проверяют, проводя анализ очищенного сорбента.

5.4 Градуировочные газовые смеси

Приготавливают градуировочные газовые смеси с известным содержанием анализируемого соединения(ий) с использованием известных методик, в том числе приведенных в ИСО 6141 и соответствующей части комплекса стандартов ИСО 6145. Приготавливают стандартные газовые смеси с массовой концентрацией, эквивалентной 100 мкг/м^3. Если методика приготовления не применяется в условиях, которые позволяют установить непрерывную прослеживаемость получаемых значений массовой концентрации к первичным эталонам массы и/или объема или если не может быть гарантирована химическая инертность системы, используемой для приготовления, то значения массовой концентрации должны быть подтверждены независимым методом.

5.5 Сорбционные трубки для градуировки, в которые градуировочная газовая смесь (5.4) введена путем прокачивания

Сорбционные трубки для градуировки подготавливают путем прокачивания через них точно известного объема градуировочной газовой смеси, например, с помощью насоса. При этом объем отобранного воздуха не должен превышать объем «проскока» для системы аналит — сорбент. После отбора градуировочной газовой смеси в сорбционные трубки их отсоединяют и герметично закрывают. Для каждой серии проб готовят новые трубки для градуировки. Для воздуха замкнутых помещений или испытательной камеры сорбционные трубки подготавливают путем прокачивания, например 100 мл, 200 мл, 400 мл, 1 л, 2 л, 4 л или 10 л выбранной градуировочной газовой смеси концентрацией 100 мкг/м^3.

5.6 Градуировочные растворы для введения в сорбент

Должны быть установлены срок безопасного хранения градуировочных растворов, приготовленных в соответствии с 5.6.1—5.6.5, и время, в течение которого они остаются стабильными. В соответствии с этими данными или при обнаружении ухудшения качества, например, в случае взаимодействия спиртов с кетонами, готовят свежие градуировочные растворы.

5.6.1 Раствор, содержащий приблизительно 10 мг/мл каждого органического компонента

Наливают 50 мл растворителя в мерную колбу вместимостью 100 мл. В эту же колбу отвешивают приблизительно 1 г анализируемого вещества или веществ, начиная с наименее летучего. В раствор добавляют растворитель до метки 100 мл, затем колбу закрывают и встряхивают для перемешивания.

5.6.2 Раствор, содержащий приблизительно 1000 мкг/мл каждого жидкого компонента

Наливают 50 мл растворителя в мерную колбу вместимостью 100 мл. В эту же колбу добавляют 10 мл раствора по 5.6.1. В раствор добавляют растворитель до метки 100 мл, затем колбу закрывают и встряхивают для перемешивания.

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

Наливают 50 мл растворителя в мерную колбу вместимостью 100 мл. В эту же колбу добавляют 10 мл раствора по 5.6.2. В раствор добавляют растворитель до метки 100 мл, затем колбу закрывают и встряхивают для перемешивания.

[1)] В Российской Федерации калибровку в данном случае называют градуировкой.

5.6.4 Раствор, содержащий приблизительно 10 мкг/мл каждого жидкого компонента

Наливают 50 мл растворителя в мерную колбу вместимостью 100 мл. В эту же колбу добавляют 10 мл раствора по 5.6.3. В раствор добавляют растворитель до метки 100 мл, затем колбу закрывают и встряхивают для перемешивания.

5.6.5 Раствор, содержащий приблизительно 1 мкг/мл каждого жидкого компонента

Наливают 50 мл растворителя в мерную колбу вместимостью 100 мл. В эту же колбу добавляют 10 мл раствора по 5.6.4. В раствор добавляют растворитель до метки 100 мл, затем колбу закрывают и встряхивают для перемешивания.

5.7 Сорбционные трубки для градуировки, приготовленные путем введения градуировочного раствора в сорбент с помощью шприца

Сорбционные трубки для градуировки подготавливают путем введения аликвот растворов в чистые сорбционные трубки с помощью шприца. Сорбционную трубку подсоединяют к устройству ввода газового хроматографа (6.10), через который пропускают чистый инертный газ со скоростью 100 мл/мин, а затем через мембрану с помощью шприца для хроматографии вводят от 1 до 5 мкл соответствующего градуировочного раствора. Через 5 мин трубку отсоединяют и герметично закрывают. Для каждой серии проб подготавливают свежие трубки для градуировки.

Методика ввода градуировочных растворов в сорбционные трубки с помощью устройства ввода жидких проб хроматографа считается оптимальной, поскольку компоненты достигают сорбента в паровой фазе. Градуировочные растворы также допускается вводить в сорбент напрямую с помощью микрошприца (см. 6.3).

Примечание — Градуировочные смеси должны подготавливаться в условиях с контролируемой окружающей температурой. Перед использованием градуировочные растворы выдерживают до установления равновесия с окружающей температурой.

5.8 Серийно изготавливаемые заполненные трубки для градуировки

Серийно изготавливаемые сертифицированные заполненные трубки для градуировки допускается использовать для регулярной проверки качества анализа и калибровки хроматографа.

5.9 Инертные газы-носители, например He, Ar, N_2

Чистота газа-носителя должна быть такой, чтобы при проведении анализа в пробе можно было обнаружить введение 0,5 нг толуола.

Примечание — Качество газа-носителя имеет большое значение, так как загрязняющие вещества, которые могут содержаться в газах, оказываются в охлаждаемой ловушке вместе с анализируемыми веществами.

6 Аппаратура

При определении ЛОС используют лабораторную аппаратуру, а также аппаратуру, указанную в 6.1—6.10.

6.1 Сорбционные трубки, из нержавеющей стали или стекла, содержащие не менее 200 мг сорбента Tenax TA (5.3), с металлическими завинчивающимися крышками и уплотнительными прокладками из политетрафторэтилена (далее — ПТФЭ).

Трубки с внешним диаметром 6 мм, внутренним диаметром 5 мм и длиной 90 мм соответствуют требованиям настоящего стандарта и используются во многих серийно изготовляемых устройствах для термической десорбции. Для удержания сорбента в трубке используют дезактивированное стекловолокно или другой подходящий материал, например фильтр из нержавеющей стали.

Используют серийно изготовляемые и предварительно очищенные сорбционные трубки с Tenax TA, либо в лабораторных условиях заполняют трубки сорбентом следующим образом.

Взвешивают соответствующее количество сорбента из расчета не менее 200 мг сорбента на трубку, необходимое для обеспечения достаточной сорбционной емкости. В один конец трубки вставляют пробку из дезактивированного стекловолокна или сетки из нержавеющей стали. Заполняют трубку сорбентом, применяя при необходимости метод просасывания. Затем другой конец трубки закрывают.

Примечание — Описание определения объема «проскока» приведено в приложении В ИСО 16017-1. Объемы «проскока» должны быть пропорциональны размерам трубки для отбора проб и количеству сорбента. Приблизительное удвоение сорбента в трубке с постоянным диаметром приводит к удвоению гарантированного объема пробы.

6.2 Соединение сорбционных трубок

Допускается последовательно соединить две трубки с помощью металлических навинчивающихся муфт с уплотнительными прокладками из ПТФЭ.

6.3 Микрошприц с ценой деления не более 0,1 мкл.

6.4 Насос для отбора проб

Насос должен соответствовать требованиям [5] или [6].

6.5 Трубки

Для герметичного соединения насоса и трубки для отбора проб используют трубки из полиэтилена (далее — ПЭ) или ПТФЭ соответствующего диаметра. Пластиковые трубки не допускается устанавливать перед сорбентом при отборе проб, так как они могут привнести загрязняющие вещества.

6.6 Расходомер

Пузырьковый расходомер или другое устройство для калибровки газового потока.

6.7 Газохроматографическая система (далее — ГХС) с пламенно-ионизационным и/или масс-спектрометрическим детектором(ами), способным(и) обнаружить введение не более 1 нг толуола, при соотношении сигнал — шум не менее 5:1.

6.8 Капиллярная колонка

Для разделения анализируемых веществ пробы выбирают соответствующую газохраматографическую капиллярную колонку. Колонки с фазой из 100 %-ного сшитого/связанного диметилполисилоксана длиной от 30 до 60 м, внутренним диаметром от 0,25 до 0,32 мм и толщиной нанесенной пленки от 0,25 до 0,33 мкм используют для анализа ЛОС в воздухе замкнутых помещений и испытательной камеры.

Примечание — Колонка из диметилполисилоксана, например колонка HP-1[1)], при определенном режиме работы термостата не разделяет *d*-3-Карен и 2-Этил-1-гексанол, а также *м*- и *п*-Ксилолы.

6.9 Устройство для термической десорбции для проведения двухстадийной термической десорбции ЛОС из сорбционных трубок и переноса десорбированных паров с помощью потока инертного газа в ГХС

В состав данного устройства входит держатель для фиксации сорбционных трубок во время их нагрева и одновременной отдувки с помощью инертного газа-носителя. Температура и время десорбции, а также расход газа-носителя регулируются. Устройство может включать в себя дополнительные элементы, такие, как устройства автоматической загрузки трубок для отбора проб и проверки утечек, охлаждающей ловушки и других устройств для концентрирования десорбированной пробы. Десорбированную пробу с потоком газа-носителя направляют в капиллярную колонку газового хроматографа через подогреваемую линию передачи.

6.10 Устройство ввода жидких проб газового хроматографа, используемое для подготовления сорбционных трубок для градуировки (необязательно)

Для подготовки сорбционных трубок для градуировки допускается использовать обычное устройство ввода газового хроматографа, которое может быть составной частью газового хроматографа или быть смонтировано отдельно. Линия газа-носителя должна оставаться подсоединенной к устройству ввода. Конструкцией устройства ввода должна быть предусмотрена возможность подсоединения к нему, при необходимости, трубки для отбора проб, что может быть выполнено путем уплотнения соединения с помощью кольцевого зажима.

7 Подготовка и хранение сорбционных трубок

7.1 Подготовка

Перед каждым отбором проб предварительно очищенные сорбционные трубки выдерживают при температуре 300 °С в течение 10 мин в потоке инертного газа-носителя при его расходе от 50 до 100 мл/мин для удаления следов ЛОС, которые могли быть уловлены трубкой. Анализируют необходимое число подготовленных трубок для получения холостого показания, используя при этом обычные аналитические характеристики, с целью подтверждения того, что термическая десорбция при холостом опыте незначительна. Уровень холостых показаний для сорбционной трубки считают приемлемым, если пики для искусственных средств идентификации составляют не более 10 % площадей, характерных для анализируемых веществ. Если уровень холостых показаний не приемлем, то повторяют процедуру подготовки трубок. Если после повторной подготовки уровень холостых показаний остается неприемлемым, трубки заново заполняют сорбентом (см. 6.1).

[1)] HP-1 является торговым названием продукта, выпускаемого Agilent, Inc. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта и не является рекламой ИСО названного продукта. Возможно использование других колонок, если может быть доказано, что они позволяют получить аналогичные результаты.

7.2 Хранение подготовленных трубок с сорбентом до отбора проб

Герметично закрывают подготовленные сорбционные трубки с помощью металлических завинчивающихся крышек с прокладками из ПТФЭ и хранят в чистом, свободном от выделений контейнере при комнатной температуре. Подготовленные трубки для отбора проб должны быть использованы в течение четырех недель. При хранении трубок более четырех недель перед отбором проб проводят их повторную подготовку.

8 Калибровка насоса

Насос калибруют вместе с подсоединенной сорбционной трубкой с использованием соответствующего откалиброванного измерительного прибора.

9 Отбор проб

9.1 Отбор проб воздуха замкнутых помещений

Собирают линию отбора проб. Если во избежание «проскока» для отбора одной пробы используют несколько трубок, то их последовательно соединяют с помощью муфт (см. 6.2.) К трубке или последовательности сорбционных трубок присоединяют насос с помощью системы трубок из ПЭ или ПТФЭ. Включают насос, отмечают и записывают значение расхода воздуха при отборе проб или регистрируют показание, отмечают время начала отбора проб, температуру и, при необходимости, барометрическое давление. Приемлемым считают расход воздуха в диапазоне от 50 до 200 мл/мин. В конце периода отбора проб отмечают и записывают значение расхода или регистрируют показание, выключают насос, отмечают и записывают время, температуру и, при необходимости, барометрическое давление. Трубку для отбора проб отсоединяют от линии отбора проб и герметично закрывают оба ее конца с помощью завинчивающихся крышек с прокладками из ПТФЭ.

Если расход воздуха при отборе проб определяют с помощью встроенного расходомера, например массового расходомера, трубку для отбора проб подсоединяют к линии отбора проб, включают насос, отмечают и записывают время, значение расхода воздуха или регистрируют показание. Отмечают и записывают температуру и, при необходимости, барометрическое давление. Приемлемым считают расход воздуха в диапазоне от 50 до 200 мл/мин. В конце периода отбора проб отмечают и записывают значение расхода воздуха или регистрируют показание, выключают насос, отмечают и записывают время, когда насос был выключен. Трубку для отбора проб отсоединяют от линии отбора проб и герметично закрывают оба ее конца с помощью завинчивающихся крышек с прокладками из ПТФЭ.

Отбор проб воздуха замкнутых помещений проводят с учетом требований ИСО 16000-1.

По усмотрению оператора допускается отбор проб при расходе менее 50 мл/мин, например, чтобы отбор проб проходил в течение более продолжительного периода времени.

9.2 Отбор проб воздуха испытательной камеры

Собирают линию отбора проб. Включают насос. Если расход воздуха при отборе проб определяют с помощью расходомера, то отмечают и записывают значение расхода воздуха. Приемлемым считают расход воздуха в диапазоне от 50 до 200 мл/мин. При отборе проб воздуха из испытательной камеры поток не должен превышать 80 % расхода воздуха в камере. Трубку для отбора проб подсоединяют к выходному отверстию или отверстию для отбора проб испытательной камеры, отмечают и записывают время подсоединения трубки. Отмечают и записывают температуру в испытательной камере и, при необходимости, барометрическое давление. В конце периода отбора проб отсоединяют трубку для отбора проб от выходного отверстия испытательной камеры, отмечают и записывают время отсоединения, повторно определяют скорость потока воздуха при отборе проб и выключают насос. Трубку для отбора проб отсоединяют от линии отбора проб и герметично закрывают оба ее конца с помощью завинчивающихся крышек с прокладками из ПТФЭ.

Если расход воздуха при отборе проб определяют с помощью встроенного расходомера, например массового расходомера, трубку для отбора проб подсоединяют к линии отбора проб, а затем к выходному отверстию испытательной камеры, включают насос, отмечают и записывают время, значение расхода воздуха или регистрируют показание. Отмечают и записывают температуру и, при необходимости, барометрическое давление. Приемлемым считают расход воздуха в диапазоне от 50 до 200 мл/мин. В конце периода отбора проб отмечают и записывают значение расхода воздуха или регистрируют показание, выключают насос, отмечают и записывают время выключения насоса. Трубку для отбора проб отсоединяют от линии отбора проб и герметично закрывают оба ее конца с помощью завинчивающихся крышек с прокладками из ПТФЭ.

9.3 Объемы проб

Гарантированный объем пробы (далее — ГОП) — объем анализируемого воздуха, который может быть отобран без «проскока» ЛОС (значения ГОП приведены в приложении В). Обычно объем пробы при отборе проб ЛОС в воздухе непромышленных помещений составляет от 1 до 5 л для трубок, содержащих 200 мг сорбента Tenax TA. При анализе загрязняющих веществ, выделяемых материалами, подходящий объем пробы определяется типом и сроком эксплуатации материала, коэффициентом загрузки и скоростью воздухообмена в испытательной камере. Рекомендуемый объем пробы — не более 5 л.

Объем пробы должен быть приведен в соответствие с ожидаемыми концентрациями. Если концентрации неизвестны, рекомендуется отбирать не менее трех параллельных проб различного объема. Если результат анализа не зависит от объема пробы, то «проскок» анализируемых веществ не влияет на результат анализа.

9.4 Хранение отобранных проб

Сорбционные трубки с пробами герметично закрывают и хранят в чистом, свободном от выделений контейнере при комнатной температуре. Влияние срока и условий хранения ЛОС, отобранных в воздухе замкнутых помещений или испытательной камеры, неизвестно, однако опыт показывает (см. приложение С), что пробы могут оставаться стабильными при комнатной температуре в течение нескольких месяцев. Во избежание возможных изменений анализ пробы должен быть проведен как можно быстрее, но не позднее, чем через четыре недели после отбора.

9.5 Холостые пробы

Холостые пробы отбирают с помощью сорбционных трубок с Tenax TA для отбора проб, идентичных 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. Холостые пробы маркируют, хранят, а затем проводят их анализ последовательно с пробами определяемых ЛОС. При проведении большого числа измерений около 10 % анализируемых проб должны быть холостыми. При проведении небольшого числа измерений отбирают и проводят анализ не менее одной холостой пробы.

10 Анализ

10.1 Общие положения

ЛОС извлекают из трубок для отбора проб методом термической десорбции. Отдельные ЛОС разделяют на капиллярных колонках газового хроматографа и определяют с помощью пламенно-ионизационного детектора (далее — ПИД) и масс-спектрометрического детектора (далее — МСД) или только с помощью МСД. МСД может быть использован как для идентификации, так и для количественного определения соединений, в то время как сигналы ПИД используют только для количественного определения соединения.

Если МСД и ПИД используют совместно, то детекторы могут быть установлены как на одном, так и на разных газовых хроматографах. В последнем случае необходимо обеспечить идентичные ввод пробы и параметры разделения обоих газовых хроматографов для получения сопоставимых хроматограмм.

Если количественное определение проводят с помощью ПИД, для каждой серии проб должен быть проведен анализ градуировочных газовых смесей различных концентраций или, по крайней мере, одной такой смеси для проверки характеристик системы.

Когда ЛОС количественно определяют с помощью МСД, для проверки калибровки для каждой серии проб проводят анализ градуировочных смесей не менее трех (лучше пяти — семи) различных концентраций.

Внутренние стандарты, например помеченные изотопами соединения, допускается использовать для контроля отбора и анализа проб.

10.2 Термическая десорбция

Для термической десорбции выбирают такие время экспозиции и расход газа-носителя, чтобы эффективность десорбции для октадекана была не менее 95 %. Методика определения эффективности десорбции приведена в ИСО 16017-1.

Типичные условия десорбции для анализа ЛОС с использованием вторичной охлаждаемой ловушки и трубки для отбора проб, содержащей от 200 до 250 мг Tenax TA:

температура десорбции . . . . . от 260 °С до 280 °С;
время десорбции . . . . . от 5 до 15 мин;
расход газа при десорбции. . . . . от 30 до 50 мл/мин;
максимальная температура в охлаждаемой ловушке . . . . . 280 °С;

минимальная температура в охлаждаемой ловушке . . . . . минус 30 °С;
сорбент в охлаждаемой ловушке . . . . . Tenax TA;
температура линии передачи . . . . . 220 °С.

Коэффициенты разделения ЛОС между трубкой для отбора проб и вторичной ловушкой и между вторичной ловушкой и аналитической колонкой (если применяется) выбирают в зависимости от ожидаемого их содержания в воздухе в соответствии с инструкцией изготовителя устройств для термической десорбции).

Примечание — Наиболее летучие из ВЛОС при этих условиях могут «проскочить» через охлаждаемую ловушку и при анализе количественно определяться не будут.

10.3 Температурный режим

Для достижения хорошего разделения ЛОС за минимальное время при анализе смесей веществ с сильно различающимися температурой кипения и полярностями необходимо соответствующее программирование температурного режима термостата.

10.4 Анализ проб

Пробы ЛОС должны быть проанализированы в течение четырех недель с момента отбора. Последовательно проводят анализ холостых проб и соответствующих стандартных образцов с пробами определяемых веществ. Идентифицируют ЛОС с помощью МСД и количественно определяют их на основе хроматограмм, полученных с помощью ПИД или МСД.

11 Идентификация отдельных летучих органических соединений

Для идентификации отдельных ЛОС, не являющихся объектом данного анализа, проводят анализ проб с помощью МСД в режиме сканирования. Идентифицируют отдельные ЛОС, обнаруженные в пробе, используя хроматограмму по полному ионному току, полученную с помощью МСД, и времени удерживания соединения. Сравнивают хроматограмму с масс-спектрами чистых веществ либо с доступными для приобретения собраниями (библиотеками) масс-спектров. Также могут быть использованы библиотеки, созданные пользователем. Соответствие времени удерживания, полученного при анализе и градуировке по известному соединению, используемому для калибровки отдельной колонки, не должно быть единственным критерием индентификации.

Проводят идентификацию максимально возможного числа соединений, особенно тех, которые соответствуют 10 наибольшим пикам и массовая концентрация которых более 2 мкг/м^3. Перечень ЛОС, которые в соответствии с имеющимся опытом наиболее часто присутствуют в воздухе замкнутых помещений и выделяются материалами, приведен в приложении А. Идентификацию считают удовлетворительной, если на хроматограмме суммарная площадь пиков идентифицированных ЛОС соответствует 2/3 общей площади всех пиков соединений, которые элюируются в диапазоне от C_6 до C_{16} включительно.

При работе с МСД также может быть использован режим селективного мониторинга ионов (далее — СМИ). Выбор режима делает оператор, который должен знать о различиях режима СМИ и режима сканирования.

12 Содержание анализируемых веществ в отобранном воздухе

12.1 Общие положения

Количественно определяют идентифицированные компоненты пробы с использованием их индивидуальных коэффициентов отклика, если для них имеется стандартный образец. В других случаях количественное определение проводят на основе коэффициента отклика толуола. Неидентифицированные компоненты количественно определяют с использованием коэффициента отклика толуола.

12.2 Летучие органические соединения

Коэффициенты отклика отдельных соединений и линейность ПИД и МС по отношению к анализируемым соединениям определяют с помощью калибровки аналитической системы по градуировочным растворам (5.5, 5.6.2, 5.6.3, 5.6.4, 5.6.5 или 5.9). Строят градуировочный график по не менее чем трем градуировочным растворам, значения массовой концентрации которых равномерно распределены по диапазону при линейной градуировочной характеристике (рекомендуется использовать 5 или 7 различных градуировочных растворов). Наименьшее значение массовой концентрации градуировочного раствора не должно превышать наименьшее значение массовой концентрации в пробе.

Площади пиков на хроматограмме отдельного ЛОС пропорциональны массе введенного компонента пробы. Для каждого соединения определяют соотношение между массой введенного аналита и соответствующей площадью пика. Угол наклона градуировочного графика в области линейного диапазона является коэффициентом отклика анализируемого ЛОС

$$A_{St} = b_{St} m_{St} + c_{St}, \quad (1)$$

где A_{St} — площадь пика анализируемого вещества на хроматограмме градуировочного раствора в соответствующих единицах физических величин;

b_{St} — тангенс угла наклона градуировочного графика в соответствующих единицах физических величин/нг;

m_{St} — масса анализируемого вещества в градуировочном растворе, нг;

c_{St} — длина отрезка, отсекаемого градуировочным графиком на оси ординат, в соответствующих единицах физических величин. Если градуировочный график проходит через начало координат, то c_{St} принимают равным 0.

Массу анализируемого вещества в пробе вычисляют по площади пика, полученного с помощью детектора с использованием коэффициента отклика анализируемого вещества по формуле

$$m_A = \frac{A_A}{b_{St}} - c_A, \quad (2)$$

где m_A — масса анализируемого вещества в пробе, нг;

A_A — площадь пика анализируемого вещества на хроматограмме пробы в соответствующих единицах физических величин;

b_{St} — тангенс угла наклона градуировочного графика в соответствующих единицах физических величин /нг;

c_A — длина отрезка, отсекаемого градуировочным графиком на оси ординат, нг. Если градуировочный график проходит через начало координат, то c_A принимают равным 0.

Массовую концентрацию идентифицированных ЛОС в пробе воздуха вычисляют по формуле

$$\rho_A = \frac{m_A - m_{A0}}{V}, \quad (3)$$

где ρ_A — массовая концентрация анализируемого вещества в пробе воздуха, мкг/м^3;

m_A — масса анализируемого вещества в трубке для отбора проб, нг;

m_{A0} — масса анализируемого вещества в трубке для холостой пробы, нг;

V — объем пробы, л.

При необходимости, значение массовой концентрации приводят к 20 °С и 101,3 кПа по формуле

$$\rho_{A;101,3;293} = \rho_A = \frac{101,3}{p} \times \frac{(t + 273)}{293}, \quad (4)$$

где p — реальное давление отбираемого воздуха, кПа;

t — реальная температура отбираемого воздуха, °С.

Неидентифицированные соединения в пробе определяют количественно с использованием полученного при калибровке коэффициента отклика для толуола.

12.3 Общие летучие органические соединения (ОЛОС)

Содержание ОЛОС определяют следующим образом.

Учитывают всю площадь хроматограммы между пиками *н*-Гексана и *н*-Гексадекана. Используя коэффициент отклика для толуола, пересчитывают площадь в единицы массы по толуолу. По формуле (3) вычисляют массовую концентрацию ОЛОС в отобранном воздухе.

При использовании МСД для этой цели должны быть установлены параметры «настройки стандартных спектров» или эквивалентные параметры МСД. В противном случае отдают предпочтение использованию ПИД.

Примечания

1 Данные рекомендации приведены для улучшения сопоставимости результатов по ОЛОС.

2 Определение ОЛОС в пересчете на эквиваленты толуола является полуколичественным, так как индивидуальные соединения в смеси могут иметь коэффициенты отклика, сильно отличающиеся от коэффициента отклика толуола.

12.4 Высоко- и среднелетучие органические соединения, не входящие в состав общих летучих органических соединений

Для получения информации о дополнительных органических соединениях, присутствующих в воздухе замкнутых помещений или выделяемых материалами в испытательной камере, необходимо не только определить содержание ЛОС, но и получить информацию о ВЛОС и СЛОС, то есть органических соединениях, элюирующихся до C_6 и после C_{16}. Для этого общую площадь пиков соединений, обнаруженных за пределами диапазона от C_6 до C_{16}, пересчитывают на эквиваленты толуола по формулам (2) и (3) с использованием коэффициента отклика толуола. Индивидуальные соединения, элюирующиеся до гексана и после гексадекана, должны быть, по возможности, идентифицированы, а их суммарное содержание приписывают ВЛОС и СЛОС соответственно. Качество результатов, полученных таким образом, будет ниже, чем качество результатов анализа ЛОС, так как используемые методики отбора и анализа проб могут не подходить для определения ВЛОС и СЛОС.

Примечание — Для количественного определения ЛОС, не попавших в диапазон ОЛОС, могут быть использованы другие сорбенты и условия анализа (см. ИСО 16017-1).

13 Характеристики

Перед использованием метода, установленного в настоящем стандарте, следует определить его характеристики по [7]. Это определение должно включать в себя, как минимум, оценку составляющих неопределенности, источниками которой являются:

отбор проб:
- поток,
- время,
- температура,
- давление,
- эффективность отбора проб;

целостность отбора проб:
- измерение и стабильность,
- стабильность холостых показаний;
- эффективность десорбции;

калибровка:
- эталоны,
- несоответствие градуировочной функции;

анализ:
- повторяемость,
- уровень холостых показаний;

влияния окружающей среды:
- температура при отборе проб,
- влажность при отборе проб,
- мешающие вещества;
- повторяемость в условиях применения;

технические средства камеры:
- воздухообмен,
- подготовка образцов для испытаний.

Точность и повторяемость (сходимость) метода измерений являются важными факторами, которые должны быть определены для оценки результатов измерений и применимости метода для поставленных целей. Точность метода измерений ЛОС может быть определена, если могут быть созданы среды с известным уровнем массовой концентрации в микрограммах на кубический метр. Поскольку сделать это довольно трудно, большинство исследователей определяют только повторяемость (сходимость) метода измерений путем повторного отбора и анализа проб одной и той же газовой смеси.

При исследовании хлорированных бутадиенов в воздухе замкнутых помещений оценка неопределенности результатов измерений была проведена по [7]. Суммарная относительная неопределенность измерения гексахлорбутадиена с объемной долей $0{,}6 \times 10^{-9}$ составила $\pm$ 12 %, а расширенная относительная неопределенность (при доверительной вероятности 95 %) — $\pm$ 23 % [8].

Сходимость отбора проб неполярных углеводородов из баллона с градуировочной газовой смесью, содержащей шесть ЛОС, приведена в [9]. Для проб объемом 2 л сходимость на сорбенте Tenax TA составила менее 10 %, а для проб объемом 0,5 л — 12 %.

Примечание — Для оценки согласованности работы испытательных лабораторий по определению ЛОС, выделяемых строительными материалами и предметами мебели, были проведены межлабораторные сличения, результаты которых приведены в [10] и [11].

14 Протокол измерений

Протокол измерений[1)] должен содержать, по крайней мере, следующую информацию:

a) цель измерений;

b) описание места отбора проб;

c) время и дату отбора проб;

d) условия отбора проб (температура, относительная влажность);

e) ссылку на настоящий стандарт;

f) полное описание методики отбора проб;

g) полное описание методики анализа;

h) предел обнаружения метода анализа;

i) результаты измерений массовой концентрации (или содержания), включая вычисления и использованные методы калибровки;

j) неопределенность полученных результатов измерений.

В результатах измерений должны быть указаны следующие значения:

- массовая концентрация ОЛОС, определенная с помощью ПИД или МСД, выраженная в эквивалентах толуола;
- общая массовая концентрация ВЛОС и СЛОС (обнаруженных до C_6 и после C_{16}), определенная с помощью ПИД или МСД.

15 Контроль качества результатов измерений

При проведении контроля качества результатов измерений необходимо поддерживать соответствующий уровень контроля, включающий в себя проверку того, что:

- холостые пробы приготовлены в соответствии с 9.5;
- уровень холостых показаний для сорбционной трубки является приемлемым, если пики примесей составляют не более 10 % типичных площадей пиков для определяемых веществ;
- эффективность десорбции ЛОС может быть проверена с использованием внутренних стандартов по ИСО 16017-1. Для контроля коэффициентов отклика последовательно с реальными пробами анализируют градуировочную смесь выбранных представительных веществ;
- сорбционная емкость может быть проверена с использованием резервных трубок либо путем отбора проб различного объема, меньшего, чем гарантированный объем пробы;
- определение повторяемости метода измерений было проведено, например, с помощью отбора и анализа идентичных проб. При этом относительное стандартное отклонение должно быть не более 15 %;
- степень извлечения углеводородов от C_6 до C_{16} составляет 95 %.

[1)] Кроме требований, приведенных в данном разделе, протокол измерений должен также соответствовать требованиям ИСО/МЭК 17025:2005 [12].

Приложение А
(справочное)

Примеры веществ, обнаруживаемых в воздухе замкнутых помещений и выделяемых строительными материалами в испытательных камерах

Таблица А.1 — Примеры веществ, обнаруживаемых в воздухе замкнутых помещений и выделяемых строительными материалами в испытательной камере по [13], [14]

Химическое соединение	Номер по CAS	Температура кипения, °С
Ароматические углеводороды		
1,2,3-Триметилбензол	526-73-8	176
1,2,4,5-Тетраметилбензол	95-93-2	197
1,2,4-Триметилбензол	95-63-6	169
1,3,5-Триметилбензол	108-67-8	165
1,3-Диизопропилбензол	99-62-7	203
1,4-Диизопропилбензол	100-18-5	203
1-Метил-2-пропилбензол	1074-17-5	—
1-Метил-3-пропилбензол	1074-43-7	175
1-Пропенилбензол	637-50-3	175
2-Этилтолуол	611-14-3	165
3-Этилтолуол/4-этилтолуол	620-14-4/622-96-8	162
2-Фенилоктан	777-22-0	123
4-Фенилциклогексен	4994-16-5	251[a]
5-Фенилдекан	4537-11-5	—
5-Фенилундекан	4537-15-9	—
α-Метилстирол	98-83-9	165
Бензол	71-43-2	80
Этилбензол	100-41-4	136
Этилилбензол/этинилбензол	536-74-3	144
Изопропилбензол	98-82-8	152
м/п-Метилстирол	100-80-1/622-97-9	168/169
м/п-Ксилол	108-38-3/106-42-3	139/138
Нафталин	91-20-3	218
н-Бутилбензол	104-51-8	183
н-Пропилбензол	103-65-1	159
о-Метилстирол	611-15-4	171
о-Ксилол	95-47-6	144
Стирол	100-42-5	145
Толуол	108-88-3	111

Продолжение таблицы А.1

Химическое соединение	Номер по CAS	Температура кипения, °С
Алифатические углеводороды от C_6 до C_{16}		
1-Децен	872-05-9	171
1-Октен	111-66-0	121
2,2,4,6,6-Пентаметилгептан	13475-82-6	178
2,4,6-Триметилоктан	62016-37-9	
2-Метилгексан	591-76-4	90
2-Метилнонан	871-83-0	167
2-Метилоктан	3221-61-2	143
2-Метилпентан	107-83-5	60[b]
3,5-Диметилоктан	15869-93-9	159
3-Метилгексан	589-34-4	92
3-Метилоктан	2216-33-3	143
3-Метилпентан	96-14-0	63[b]
4-Метилдекан	2847-72-5	189
Изододекан	31807-55-3	216
н-Декан	124-18-5	174
н-Додекан	112-40-3	216
н-Гептан	142-82-5	98
н-Гексадекан	544-76-3	287
н-Гексан	110-54-3	69
н-Нонан	111-84-2	151
н-Октан	111-65-9	125
н-Пентадекан	629-62-9	271
н-Тетрадекан	629-59-4	254
н-Тридекан	629-50-5	235
н-Ундекан	1120-21-4	196
Циклоалканы		
1,4-Диметилциклогексан	589-90-2	124
1-Метил-4-метилэтилциклогексан (*цис* /*транс*)	6069-98-3/1678-82-6	167
Циклогексан	110-82-7	81
Метилциклогексан	108-87-2	101
Метилциклопентан	96-37-7	72
Терпены		
β-Кариофиллен	87-44-5	129
α-Пинен	80-56-8	156
β-Пинен	18172-67-3	164
3-Карен	13466-78-9	167
а-Цедрен	469-61-4	262
Камфен	79-92-5	158
Лимонен	138-86-3	176
Лонгифолен	475-20-7	254
Терпентин	8006-64-2	От 150 до 180

Продолжение таблицы А.1

Химическое соединение	Номер по CAS	Температура кипения, °С
Спирты		
1-Бутанол	71-36-3	118
1-Гексанол	111-27-3	158
1-Октанол	111-87-5	194
1-Пентанол	71-41-0	137
1-Пропанол	71-23-8	97
2-Этил-1-гексанол	104-76-7	182
2-Метил-1-пропанол (изобутанол)	78-83-1	108
2-Метил-2-пропанол	75-65-0	82
2-Пропанол	67-63-0	82
BHT[1)] (2,6-Дитретбутил-4-метилфенол)	128-37-0	265
Циклогексанол	108-93-0	161
Фенол	108-95-2	182
2,2,4-Триметил-1,3-пентандиол-изобутират	25265-77-4	244
Гликоли/эфиры гликолей		
1-Метокси-2-пропанол	107-98-2	118
2-Бутоксиэтанол	111-76-2	171
2-Бутоксиэтоксиэтанол	112-34-5	231
2-Этоксиэтанол	110-80-5	136
2-Метоксиэтанол	109-86-4	125
2-Феноксиэтанол	122-99-6	245
3-Фенил-1-пропанол	6180-61-6	235
2-(2-Бутоксиэтокси)этанол	112-34-5	230
Диметоксиэтан	110-71-4	85
Диметоксиметан	109-87-5	42[b]
Пропиленгликоль	57-55-6	189
Альдегиды		
2-Бутеналь	123-73-9	104
2-Деценаль	2497-25-8	
2-Этилгексаналь	123-05-7	163
2-Фуранкарбоксиальдегид	98-01-1	162
2-Гептеналь (*цис/транс*)	57266-86-1/18829-55-5	От 90 до 91 при 50 мм рт. ст.
2-Ноненаль	2463-53-8	От 100 до 102 при 16 мм рт. ст.
2-Пентеналь	1576-87-0	От 115 до 125
2-Ундеценал	1337-83-3	
Ацетальдегид	75-07-0	21[b]
Бензальдегид	100-52-7	179
Бутаналь	123-72-8	76
Деканаль	112-31-2	208

[1)] BHT (butylated hydroxytoluene) — бутилированный гидрокситолуол.

Продолжение таблицы А.1

Химическое соединение	Номер по CAS	Температура кипения, °С
Гептаналь	111-71-7	153
Гексаналь	66-25-1	129
Нонаналь	124-19-6	190
Октаналь	124-13-0	171
Пентаналь	110-62-3	103
Пропаналь	123-38-6	49[b]
Кетоны		
2-Бутанон	78-93-3	80
2-Метилциклогексанон	583-60-8	163
2-Метилциклопентанон	1120-72-5	139
3-Метил-2-бутанон	563-80-4	95
4-Метил-2-пентанон	108-10-1	117
3,5,5-Триметилциклогекс-2-енон	78-59-1	214
Ацетон	67-64-1	56[b]
Ацетофенон	98-86-2	202
Циклогексанон	108-94-1	155
Циклопентанон	120-92-3	130
Метилэтилкетон	78-93-3	80
Метилизобутилкетон	108-10-1	118
Галоидированные углеводороды		
1,1,1,2-Тетрахлорэтан	630-20-6	130
1,1,2,2-Тетрахлорэтан	79-34-5	146
1,1,1-Трихлорэтан	71-55-6	74
1,1,2-Трихлорэтан	79-00-5	114
1,2-Дихлорэтан	107-06-2	84
1,4-Дихлорбензол	106-46-7	173
Четыреххлористый углерод (тетрахлорметан)	56-23-5	76
Хлорбензол	108-90-7	131
Дихлорметан	75-09-2	40[b]
Тетрахлорэтен	127-18-4	121
Трихлорэтен	79-01-6	87
Кислоты		
2,2-Диметилпропановая кислота	75-98-9	164
Уксусная кислота	64-19-7	118
Бутановая кислота	107-92-6	163
Гептановая кислота	111-14-8	223
Гексадекановая кислота	57-10-3	350
Гексановая кислота	142-62-1	202
Изобутановая кислота	79-31-2	153

Окончание таблицы А.1

Химическое соединение	Номер по CAS	Температура кипения, °С
Октановая кислота	124-07-2	240
Пентановая кислота	109-52-4	186
Пропановая кислота	79-09-4	141
Эфиры		
2-Этоксиэтилацетат	111-15-9	156
2-Этилгексилацетат	103-09-3	198
2-Метоксиэтилацетат	110-49-6	145
Бутоксиэтилацетат	112-07-2	192
Бутилацетат	123-86-4	126
Бутилформиат	592-84-7	107
Этилацетат	141-78-6	77
Этилакрилат	140-88-5	100
Изобутилацетат	110-19-0	118
Изопропилацетат	108-21-4	90
Линалоолацетат	115-95-7	220
Метилакрилат	96-33-3	81
Метилметакрилат	80-62-6	100
Пропилацетат	109-60-4	102
2,2,4-Триметилпентандиолдиизо-бутират	6846-50-0	424
Винилацетат	108-05-4	72[b]
Фталаты		
Алкилфталаты		
Дибутилфталат	84-74-2	340
Диметилфталат	131-11-3	284
Другие		
1,4-Диоксан	123-91-1	101
1-Метил-2-пирролидинон	872-50-4	202
2-Пентилфуран	3777-69-3	> 120
Анилин	62-53-3	184
Капролактам	105-60-2	267
Инден	95-13-6	182
Нитробензол	98-95-3	211
Пиридин	110-86-1	116
Тетрагидрофуран	109-99-9	67[b]

[a] Значение для 1-Фенилциклогексена.

[b] Вещества с температурой кипения ниже температуры кипения гексана количественно не удерживаются Tenax TA, если используются размер трубки и объемы проб, установленные в настоящем стандарте.

Примечания

1 Гарантированные объемы проб для паров органических веществ приведены в приложении В.

2 При анализе ЛОС, элюирующихся до *н*-Гексана, могут быть использованы дополнительные сорбенты, приведенные в ИСО 16017-1.

Приложение В
(справочное)

Гарантированные объемы проб для паров некоторых органических соединений, отобранных на Tenax TA

Данные по экстраполяции объемов удерживания и гарантированных объемов проб для органических паров, отобранных при температуре 20 °С в трубку, содержащую 200 мг Tenax TA по [2], [15], [16], [17] приведены в таблице В.1. Номера соединений по CAS — по таблице А.1.

Т а б л и ц а В.1 — Гарантированные объемы проб для паровой фазы ЛОС, отобранной на Tenax TA

Органическое соединение	Температура кипения, °С	Давление пара, кПа (25 °С)	Удерживаемый объем, л	ГОП		Температура десорбции, °С
				л	л/г	
Углеводороды						
Гексан	69	16	6,4	3,2	16	110
Гептан	98	4,7	34	17	85	130
Октан	125	1,4	160	80	390	140
Нонан	151	0,5	1400	700	3500	150
Декан	174	0,13	4200	2100	$1,0 \times 10^4$	160
Ундекан	196	0,14	$2,5 \times 10^4$	$1,2 \times 10^4$	$6,0 \times 10^4$	170
Додекан	216	0,04	$1,26 \times 10^5$	$6,3 \times 10^4$	$3,0 \times 10^5$	180
Бензол	80	10,1	13	6,2	31	120
Толуол	111	2,9	76	38	190	140
Ксилол	От 138 до 144	От 0,67 до 0,87	600	300	1500	140
Этилбензол	136	0,93	360	180	900	145
Пропилбензол	159	0,3	1700	850	4000	160
Изопропилбензол	152	0,4	960	480	2400	160
Этилтолуол	162	—	2000	1000	5000	160
Триметилбензол	От 165 до 176	От 0,15 до 0,2	3600	1800	8900	170
Стирол	145	0,88	600	300	1500	160
Метилстирол	167	0,3	2400	1200	6000	170
Хлорированные углеводороды						
Четыреххлористый углерод (тетрахлорметан)	76	12	12	6,2	31	120
1,2-Дихлорэтан	84	8,4	11	5,4	27	120
1,1,1-Трихлорэтан	74	2,7	Не рекомендуется Tenax TA			
1,1,2-Трихлорэтан	114	2,5	68	34	170	120
1,1,1,2-Тетрахлорэтан	130	От 0,6 до 0,7	160	78	390	150
1,1,2,2-Тетрахлорэтан	146	0,67	340	170	850	150
Трихлорэтилен	87	2,7	11,2	5,6	28	120
Тетрахлорэтилен	121	1,87	96	48	240	150
Хлорбензол	131	1,2	52	26	130	140

Окончание таблицы В.1

Органическое соединение	Температура кипения, °С	Давление пара, кПа (25 °С)	Удерживаемый объем, л	ГОП		Температура десорбции, °С
				л	л/г	
Эфиры и эфиры гликолей						
Этилацетат	71	9,7	7,2	3,6	18	120
Пропилацетат	102	3,3	36	18	92	140
Изопропилацетат	90	6,3	12	6	31	120
Бутилацетат	126	1,9	170	85	420	150
Изобутилацетат	115	2,7	265	130	650	130
трет-Бутилацетат	98	—	Не рекомендуется Tenax TA			
Метилакрилат	81	От 9 до 11	13	6,5	32	120
Этилакрилат	100	3,9	48	24	120	120
Метилметакрилат	100	3,7	55	27	130	120
Метоксиэтанол	125	0,8	6	3	15	120
Этоксиэтанол	136	0,51	10	5	25	130
Бутоксиэтанол	170	0,1	70	35	170	140
Метоксипропанол	118	1,2 (при 20 °С)	27	13	65	115
Метоксиэтилацетат	145	0,27	16	8	40	120
Этоксиэтилацетат	156	0,16	30	15	75	140
Бутоксиэтилацетат	192	0,04	300	150	750	160
Альдегиды и кетоны						
Метилэтилкетон	80	10,3	6,4	3,2	16	120
Метилизобутилкетон	118	0,8	52	26	130	140
Циклогексанон	155	0,45	340	170	850	150
3,5,5-Триметилцикло-гекс-2-енон	214	0,05	11000	5600	28000	90
Фурфураль	162	0,5	600	300	1500	200
Спирты						
н-Бутанол	118	0,67	10	5	25	120
Изобутанол	108	1,6	5,6	2,8	14	120
трет-Бутанол	83	1,17	Не рекомендуется Tenax TA			
Октанол	180	< 0,1	2800	1400	7000	160
Фенол	182	0,03	480	240	1200	190
Другие						
Пиридин	116	16	8	40	150	—
Анилин	184	0,09	440	220	1100	190
Нитробензол	211	0,02	28000	14000	70000	200

Приложение С
(справочное)

Стойкость при хранении извлеченных веществ в сорбционных трубках с Tenax TA

Данные о стойкости при хранении извлеченных веществ в сорбционных трубках с Tenax TA (ИСО 16017-1) приведены в таблице С.1. Номера соединений по CAS — по таблице А.1.

Таблица С.1 — Эффективность извлечения органических растворителей после хранения на сорбенте Tenax TA в трубках

Органическое соединение	Количество вещества, введенного в сорбционную трубку, мкг	Время хранения 5 мес		Время хранения 11 мес	
		Средняя эффективность извлечения[a], %	Коэффициент вариации, %	Средняя эффективность извлечения[a], %	Коэффициент вариации, %
Углеводороды					
Гексан	7,8	93,6	17,9	100,8	26,1
Гептан	8,4	99,5	2,1	100,0	1,3
Октан	8,6	100,1	1,8	100,0	0,5
Нонан	12,0	Нет данных	Нет данных	101,0	0,4
Декан	9,2	100,4	1,5	100,2	0,5
Ундекан	9,1	100,7	1,5	100,2	0,2
Додекан	9,9	101,8	1,5	101,5	0,4
Бензол	11,0	98,7	2,0	98,6	0,8
Толуол	10,9	(100,0)	1,8	(100,0)	0,6
п-Ксилол	5,3	99,9	1,7	99,8	0,7
о-Ксилол	11,0	100,0	1,7	99,8	0,7
Этилбензол	10,0	99,6	0,4	97,9	1,3
Пропилбензол	10,5	99,7	1,5	98,5	0,7
Изопропилбензол	10,9	98,9	1,8	97,2	1,3
м+*п*-Этилтолуол	10,5	98,8	1,7	96,9	1,2
о-Этилтолуол	5,4	100,1	1,6	98,9	0,7
1,2,4-Триметилбензол	10,8	100,1	1,3	99,1	0,5
1,3,5-Триметилбензол	10,7	100,0	1,5	99,1	0,5
Триметилбензол	10,2	101,6	0,5	101,3	0,8
Эфиры и эфиры гликолей					
Этилацетат	10,3	97,6	1,0	100,0	2,5
Пропилацетат	10,9	100,5	1,7	99,1	0,8
Изопропилацетат	9,4	97,0	0,4	100,0	1,4
Бутилацетат	10,8	100,3	1,6	99,9	0,6
Изобутилацетат	10,7	100,2	1,4	99,8	0,7
Метоксиэтанол	8,9	87,3	5,7	93,1	1,6
Этоксиэтанол	10,4	97,6	2,5	97,2	3,3
Бутоксиэтанол	10,0	100,6	4,1	100,1	3,0
Метоксипропанол	10,4	95,3	3,6	99,0	1,2

Окончание таблицы С.1

Органическое соединение	Количество вещества, введенного в сорбционную трубку, мкг	Время хранения 5 мес		Время хранения 11 мес	
		Средняя эффективность извлечения[a], %	Коэффициент вариации, %	Средняя эффективность извлечения[a], %	Коэффициент вариации, %
Метоксиэтилацетат	12,5	100,6	1,4	98,9	1,4
Этоксиэтилацетат	11,4	99,8	2,2	98,7	2,6
Бутоксиэтилацетат	11,5	101,3	1,3	99,9	1,1
Альдегиды и кетоны					
Метилэтилкетон	9,2	97,4	0,8	99,1	0,6
Метилизобутилкетон	9,3	100,7	0,6	100,7	0,5
Циклогексанон	10,9	102,4	1,2	100,7	0,6
2-Метилциклогексанон	10,7	101,1	0,5	101,1	1,3
3-Метилциклогексанон	10,5	103,6	1,0	103,0	0,7
4-Метилциклогексанон	10,6	103,6	1,4	102,7	0,6
3,5,5-Триметилцикло-гекс-2-енон	10,6	101,4	0,9	97,7	1,2
Спирты					
Бутанол	9,0	94,8	3,0	96,9	1,2
Изобутанол	8,9	93,6	3,5	96,4	1,0

[a] При нормализации по толуолу средняя эффективность извлечения равна 100.

Приложение D
(справочное)

Сведения о соответствии национальных стандартов Российской Федерации ссылочным международным стандартам

Таблица D.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО 16000-1:2004	ГОСТ Р ИСО 16000-1—2007 «Воздух замкнутых помещений. Часть 1. Отбор проб. Общие положения»
ИСО 16000-9:2006	*
ИСО 16000-10:2006	*
ИСО 16017-1:2001	*
ИСО 16017-2:2001	*
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] Tirkkonen, T., Mroueh, U-M., Orko, I. Tenax as a Collection Medium for Volatile Organic Compounds. NKB Committee and Work Reports 1995:06 E, Helsinki, 1995, 53 p

[2] Lewis, R.G. & Gordon, S.M. Sampling of organic Chemicals in Air. In: Keith, L.H. (ed.) Principles of Environmental Sampling, 2nd Ed. ACS Professional Reference Book, American Chemical Society, Washington DC, 1996, pp. 401—470

[3] ISO 6141, Gas analysis — Requirements for certificates for calibration gases and gas mixtures

[4] ISO 6145 (all parts), Gas analysis — Preparation of calibration gas mixtures using dynamic volumetric methods

[5] EN 1232, Workplace atmospheres — Pumps for personal sampling of chemical agents — Requirements and test methods

[6] ASTM B 3686—95 (2001)e1, Standard practice for sampling atmospheres to collect organic compound vapors (activated charcoal tube adsorption method)

[7] Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM), BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML, 1995[1)]

[8] Hafkenscheid, T. & Wilkinson, G. Assessment of the uncertainty of measurement results of hexachlorobutadiene in indoor air. In: Proceedings of Indoor Air 2002, June 30 — July 5, 2002, Monterey, California

[9] De Bortoli, M., Knoppel, H., Pecchio, E., Schauenburg, H. & Vissers, H. 1992. Comparison of Tenax and Carbotrap for VOC sampling in indoor air. Indoor Air, Vol. 2, pp. 216—224

[10] ECA Report No 13 1993. Determination of VOCs emitted from indoor materials and products. Interlaboratory comparison of small chamber measurements. Commission of the European Communities, Luxembourg, 1993, 90 p

[11] ECA Report No 16 1995. Determination of VOCs emitted from indoor materials and products. Second interlaboratory comparison of small chamber measurements. Commission of the European Communities, Luxembourg, 1995, 76 p

[12] ISO/IEC 17025:2005 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories

[13] ECA Report No 18 1997. Evaluation of VOC Emissions from Building Materials. Commission of the European Communities, Luxembourg, 1997, 108 p

[14] ECA Report No 19 1997. Total volatile organic compounds (TVOC) in indoor air quality investigations. Commission of the European Communities, Luxembourg, 1997, 56 p

[15] UK Health and Safety Executive. Methods for the Determination of Hazardous Substances. Volatile organic compounds in air — Laboratory Method using pumped solid sorbent tubes, thermal desorption and gas chromatography. MDHS 72. HSE, London, 1992

[16] Verschueren, K. 2001. Handbook of environmental data on organic chemicals. John Wiley — Interscience, New York

[17] Johnson, P.C., Kemblowski, M.W. and Colthart, R.L. 1988. Practical screening models for soil venting applications. In: Proc. NWWA/API, Conference on petroleum hydrocarbons and organic chemicals in groundwater. Houston, TX

World Health Organization (WHO): Indoor air quality: Organic pollutants. EURO Reports and Studies No. 111. Copenhagen

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

[1)] Наименование соответствующего национального документа — Руководство по выражению неопределенности измерения / Под ред. проф. Слаева. В.А.; СПб.: ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, 1999.

УДК 504.3:006.354 ОКС 13.040.20 Т58

Ключевые слова: воздух, замкнутое помещение, летучие органические соединения, отбор проб, активный, сорбент, сорбционная трубка, термическая десорбция, анализ газохроматический

Редактор *Т.А. Леонова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 17.04.2007. Подписано в печать 22.05.2007. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 2,70. Тираж 324 экз. Зак. 416. С 4027.

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