
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО
16017-2—
2007

ВОЗДУХ АТМОСФЕРНЫЙ, РАБОЧЕЙ ЗОНЫ И ЗАМКНУТЫХ ПОМЕЩЕНИЙ

Отбор проб летучих органических соединений
при помощи сорбционной трубки с последующей
термодесорбцией и газохроматографическим
анализом на капиллярных колонках

Часть 2

Диффузионный метод отбора проб

ISO 16017-2:2003

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

Издание официальное

БЗ 8—2007/240



Москва
Стандартинформ
2008

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 ноября 2007 г. № 335-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 16017-2:2003 «Воздух атмосферный, рабочей зоны и замкнутых помещений. Отбор проб летучих органических соединений при помощи сорбционной трубки с последующей термодесорбцией и газохроматографическим анализом на капиллярных колонках. Часть 2. Диффузионный метод отбора проб» (ISO 16017-2:2003 «Indoor, ambient and workplace air. Sampling and analysis of volatile organic compounds by sorbent tube/thermal desorption/capillary gas chromatography. Part 2: Diffusive sampling»).

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

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

© Стандартиформ, 2008

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

ВОЗДУХ АТМОСФЕРНЫЙ, РАБОЧЕЙ ЗОНЫ И ЗАМКНУТЫХ ПОМЕЩЕНИЙ

Отбор проб летучих органических соединений при помощи сорбционной трубки с последующей термодесорбцией и газохроматографическим анализом на капиллярных колонках

Часть 2

Диффузионный метод отбора проб

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

Дата введения — 2008—09—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает общие положения по отбору и анализу проб летучих органических соединений (ЛОС) в воздухе. Стандарт применяют для анализа атмосферного воздуха, воздуха рабочей зоны и замкнутых помещений.

Настоящий стандарт применяют для разнообразных ЛОС, включая углеводороды, галоидзамещенные углеводороды, эфиры, эфиры гликолей, кетоны и спирты. Для отбора проб указанных ЛОС рекомендуется использовать ряд сорбентов¹⁾, при этом каждый сорбент имеет свою область применения. Для сильно полярных соединений может потребоваться получение их производных (derivатизация). Очень низкокипящие соединения будут задерживаться сорбентами частично, поэтому могут быть оценены лишь качественно. Среднелетучие соединения задерживаются сорбентами полностью, однако могут быть десорбированы лишь частично.

Настоящий стандарт применяют при измерении содержания находящихся в воздухе паров ЛОС в диапазоне значений массовой концентрации индивидуального органического соединения приблизительно от 0,002 до 100 мг/м³ при времени экспонирования 8 ч либо в диапазоне значений массовой концентрации от 0,3 до 300 мкг/м³ при времени экспонирования четыре недели.

Верхний предел диапазона измерений обусловлен сорбционной способностью используемого сорбента, линейным динамическим диапазоном детектора и пределом насыщения колонки или возможностями сплит-системы используемого хроматографа. Нижний предел диапазона измерений зависит от уровня шумов детектора и уровня холостых показаний для аналита и(или) от мешающих веществ в сорбционных трубках. Содержание мешающих веществ обычно оценивается на уровне долей нанограмма в сорбентах, таких как правильно подготовленные Tenax GR, углеродные сорбенты типа Carborack/Carbotrap, карбонизированные молекулярные сита типа Spherocarb или чистый уголь; на уровне нанограммов — в Tenax TA; на уровне от 5 до 50 нг — в других пористых полимерах типа Chromosorb и Porapak.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий международный стандарт:

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

¹⁾ Сорбенты, перечисленные в приложении В и упомянутые в тексте стандарта, применяются согласно настоящему стандарту. Каждый сорбент или иная продукция с указанной торговой маркой считается уникальным(ой) и имеет единственного производителя. Однако эти сорбенты можно приобрести у различных поставщиков. Данная информация приведена для удобства пользователей стандар

3 Основные положения

Диффузионные пробоотборные устройства экспонируют на воздухе в течение определенного периода времени. Скорость отбора проб определяют путем предварительной калибровки¹⁾ пробоотборного устройства по градуировочным газовым смесям (см. 8.6). ЛОС в результате диффузии попадает в сорбционную трубку и накапливается на сорбенте (см. приложение А). Собранное ЛОС из каждой трубки десорбируется нагреванием, затем переносится потоком инертного газа-носителя на вход в газовый хроматограф с капиллярной колонкой и пламенно-ионизационным или другим подходящим детектором для анализа. Калибровку аналитической системы проводят введением жидкости или паров ЛОС в сорбционную трубку.

В приложении А приведена информация о возможном насыщении слоя сорбента, влиянии переходного состояния и скорости набегающего потока. В приложении А также объясняется зависимость эффективной скорости поглощения от уровня содержания загрязняющих веществ и времени диффузионного отбора проб для неидеальных сорбентов, которая проявляется в различных значениях, приведенных в таблицах 1 и 2. Более подробная информация по теоретическим основам характеристик диффузионных пробоотборных устройств приведена в [1].

4 Реактивы и материалы

При проведении анализа используют только химические реактивы, имеющие квалификацию «чистый для анализа».

Градуировочные растворы смесей веществ следует приготавливать еженедельно или чаще в случае обнаружения признаков ухудшения качества, например реакций конденсации между спиртами и кетонами.

4.1 Летучие органические соединения для градуировки

ЛОС в виде жидкости (см. 4.7 и 4.8) или паров (см. 4.4 – 4.6) вводят в качестве реактивов в сорбционную трубку для калибровки.

4.2 Растворитель для разбавления

Растворитель для приготовления градуировочных растворов смесей (см. 4.7).

Растворитель должен быть хроматографически чистым. Растворитель не должен содержать соединений, которые элюируются вместе с определяемыми соединениями (см. 4.1).

П р и м е ч а н и е — Часто для этих целей используют метанол. Также могут быть использованы растворители, такие как этилацетат или циклогексан, если они не будут вступать в химическую реакцию с ЛОС или давать пиков, сливающихся на хроматограмме с пиками анализируемых компонентов пробы.

4.3 Сорбенты, рекомендуемый размер частиц которых от 0,18 до 0,25 мм (от 60 до 80 меш)

Перед заполнением сорбционных трубок каждый сорбент следует предварительно нагреть в инертной атмосфере в течение всей ночи при температуре не менее чем на 25 °С ниже максимальной рекомендуемой для данного сорбента температуры. Для предотвращения повторного загрязнения охлаждение сорбентов до комнатной температуры, хранение и последующую их загрузку в трубки проводят в чистой атмосфере. По возможности температуру десорбции при анализе поддерживают ниже температуры, используемой для подготовки трубок. Для серийно выпускаемых сорбционных трубок обычно требуется только предварительная подготовка. Следует соблюдать осторожность при удалении использованного сорбента в соответствии с принятыми в лаборатории правилами.

Если такой способ получения градуировочных газовых смесей практически недоступен, то сорбционные трубки для градуировки могут быть подготовлены путем введения жидкости с помощью шприца (см. 4.7 и 4.8) при условии, что точность данной методики соответствует одному из требований:

- а) устанавливается с использованием методик, которые при введении шприцем позволяют получить значения массовой концентрации, прослеживаемые к первичным эталонам массы и/или объема;
- б) может быть подтверждена сличением с образцами сравнения (при наличии);
- с) может быть подтверждена сличением с сорбционными трубками для градуировки, подготовленными с использованием градуировочных газовых смесей;
- д) может быть подтверждена сличением с результатами, полученными с помощью стандартных методик выполнения измерений.

4.5 Градуировочные газовые смеси с известными значениями массовой концентрации анализируемого(ых) соединения(й)

Градуировочные газовые смеси приготавливают стандартизованными методами. Для этого подходят методы, приведенные в [2] и [3] — [7]. 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 созданной системы, то значения массовой концентрации должны быть подтверждены независимым методом.

4.6 Сорбционные трубки для градуировки, подготовленные путем прокачивания градуировочной газовой смеси

Сорбционные трубки для градуировки готовят путем прокачивания через них точно известного объема градуировочной газовой смеси, например с помощью насоса. При этом объем отобранного воздуха не должен превышать «объем до проскока» для системы аналит — сорбент. После прокачивания градуировочной газовой смеси сорбционную трубку отсоединяют от насоса и герметично закрывают. Для каждой серии проб готовят новые трубки для градуировки. Подготавливают градуировочные газовые смеси массовой концентрации, эквивалентной 10 мг/м³ и 100 мкг/м³. При анализе воздуха рабочей зоны сорбционные трубки готовят путем прокачивания, например 100, 200, 400 мл, 1, 2 или 4 л градуировочной газовой смеси с массовой концентрацией 10 мг/м³. Для окружающего воздуха и воздуха замкнутых помещений трубки готовят путем прокачивания, например 100, 200, 400 мл, 1, 2, 4 или 10 л градуировочной газовой смеси с массовой концентрацией 100 мкг/м³.

4.7 Растворы для введения с помощью шприца

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

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

4.7.2 Раствор, содержащий приблизительно 1 мг/мл жидких компонентов

50 мл растворителя для разбавления помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл. В эту же колбу добавляют 10 мл раствора (см. 4.7.1), доводят растворителем для разбавления до метки 100 мл, закрывают

