



МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ

ГОСТ  
32523—  
2013

## ВИНИЛХЛОРИД

Определение содержания в воздушной среде методом  
газовой хроматографии – масс-спектрометрии



Издание официальное

Зарегистрирован  
№ 8649  
19.11.2013 г.



## Предисловие

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены».

### Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Федеральным бюджетным учреждением здравоохранения «Российский регистр потенциально опасных химических и биологических веществ» Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (ФБУЗ «Российский регистр потенциально опасных химических и биологических веществ» Роспотребнадзора)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии Российской Федерации

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 44-2013 от 14 ноября 2013 г.)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Кыргызстан	KG	Кыргызстандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

### 4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных (государственных) стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных (государственных) органов по стандартизации.*

*В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация также будет опубликована в сети Интернет на сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»*

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств

**ВИНИЛХЛОРИД****Определение содержания в воздушной среде методом газовой хроматографии – масс-спектрометрии**

Vinylchloride. Determination in air

Дата введения —

**1 Область применения**

Настоящий стандарт может быть применен для отбора проб и измерения массовой концентрации винилхлорида методом газовой хроматографии – масс-спектрометрии (ГХ – МС). Метод применяют для концентраций 2 – 50 ppbv (part per billion by volume – одна миллиардная по объему), и он, как правило, требует насыщения путем концентрирования пробы объемом 1 л. Предел обнаружения составляет 0,5 ppbv. Использование данного метода приемлемо для большинства условий пробоотбора окружающего воздуха в адсорбирующий контейнер. При проведении отбора проб допускается использование твердых адсорбентов вместо контейнеров или отбор проб проводят путем прямого автоматизированного ввода в хроматограф.

**2 Нормативные ссылки**

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:  
ГОСТ 12.1.005–88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны  
ГОСТ 12.1.019–2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты  
ГОСТ 6709–72 Вода дистиллированная. Технические условия

**П р и м е ч а н и е** – При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

**3 Характеристики погрешности измерений**

Относительная расширенная неопределенность измерений (при коэффициенте охвата  $k = 2$ )  
 $U_{\text{отн}} = 15 \%$ .

**П р и м е ч а н и е** – Указанная неопределенность соответствует границам относительной суммарной погрешности  $\pm 15 \%$  при доверительной вероятности  $P = 0,95$ .

**4 Описание метода**

4.1 Для определения содержания винилхлорида используют адсорбирующий контейнер-пробоотборник, из которого заранее откачан воздух. При анализе известный объем образца отбирают из контейнера через твердый мультисорбентный концентратор. Содержание воды в образце может быть в дальнейшем снижено продувкой концентратора гелием, при этом целевые соединения удерживаются. После концентрирования и сушки определяемое вещество выделяется термодесорбцией, увлекается потоком газаносителя, а затем собирается в небольшом объеме с

помощью охлаждаемой (криогенной) ловушкой или мультисорбентной ловушки. Образец затем снова выделяют термодесорбцией и вводят в хроматографическую колонку для разделения и детектирования с помощью масс-спектрометра.

4.2 Измерение массовой концентрации проводят методом внутреннего стандарта: определяют площади пиков винилхлорида и внутреннего стандарта на масс-хроматограммах, зарегистрированных для характеристических ионов этих соединений. Расчет количества винилхлорида осуществляют исходя из площадей этих пиков, массы внутреннего стандарта и фактора отклика винилхлорида по отношению к внутреннему стандарту. Расчет проводят из предположения о количественном извлечении и постоянной степени извлечения винилхлорида из воздуха на адсорбент в контейнере, что было подтверждено предварительными исследованиями.

4.3 Для градуировки прибора и расчета калибровочной зависимости готовят серию из пяти градуировочных смесей винилхлорида в увлажненном чистом воздухе концентрацией, позволяющей определить его на уровнях 2, 5, 10, 20 и 50 ppbv. В анализируемую пробу воздуха добавляют смесь внутреннего стандарта – бромхлорметана (характеристический ион 130 Да), пердеитерохлорбензола (дейтерохлорбензол-d<sub>5</sub>) (характеристический ион 117 Да) и 1,4-дифторбензола (характеристический ион 114 Да) концентрацией 10 ppmv (part per million by volume = одна миллионная по объему). В расчетах далее используют стандарт, время удерживания которого находится ближе всего ко времени удерживания винилхлорида. Вычисляют фактор отклика исходя из количеств винилхлорида и внутреннего стандарта и площадей соответствующих хроматографических пиков. Время удерживания стандарта должно укладываться в интервал  $\pm 0,33$  мин от среднего значения.

## 5 Средства измерений, реактивы и материалы

### 5.1 Средства измерений

Газохроматографическая система с МС-детектором, оснащенная функцией температурного программирования с возможностью охлаждения до минус 50 °С. Система должна включать или быть сопряжена с концентратором и иметь все необходимые устройства. Все линии газовой хроматографии (ГХ) с газом – носителем должны быть выполнены из нержавеющей стали или медных труб. Исключается использование неполитетрафторэтиленовых герметиков для соединений или датчиков контроля потока с деталями из бутадиен-нитрильного каучука (NBR).

Возможно использование линейного квадрупольного масс-спектрометра или масс-спектрометра с ионной ловушкой, способного сканировать массы от 35 до 300 а.е.м. в секунду или чаще. В случае использования электронной ионизации энергия электронов должна составлять 70 эВ. Возможности прибора должны позволять получить качественный масс-спектр при анализе образца п-бромфторбензола (BFB) массой 50 нг или менее. Прибор должен быть оснащен системой обработки данных со справочной библиотекой масс-спектров EPA/NIST или аналогичной.

Колонка хроматографическая: 100 %-ный метилсилоксан или 5 %-ный фенил, 95 %-ные метилсилоксановые капиллярные колонки диаметром 0,25 – 0,53 мм, различной длины.

**Примечание** – Допускается применение других типов средств измерений с метрологическими и техническими характеристиками не ниже указанных.

### 5.2 Реактивы и материалы

Винилхлорид чистотой не менее 98 %.

Гелий. Гелий в газовых баллонах наивысшей степени чистоты используют в качестве газаносителя.

Жидкий азот или жидкий диоксид углерода. Используют для охлаждения вторичной ловушки.

Деионизованная вода. Наивысшая степень чистоты для высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) по ГОСТ 6709.

**Примечание** – Допускается применение реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, с квалификацией чистоты не ниже указанной.

### 5.3 Вспомогательные устройства

Система отбора пробы/концентрирования (допускаются имеющиеся в продаже альтернативы):

- электронный регулятор потока массы, используемый для поддержания постоянного потока (для продувочного газа, газа-носителя и образца газа) и для обеспечения аналогового выхода на монитор аномалий в потоке;