



中华人民共和国国家标准

GB/T 29899—2024

代替 GB/T 29899—2013

人造板及其制品中挥发性有机化合物 释放量试验方法 小型释放舱法

Determination of the emission of volatile organic compounds from wood-based
panels and furnishing products—Small chamber method

2024-03-15 发布

2024-10-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言 I

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原理 3

5 仪器设备 3

6 样品与试件 3

7 试验步骤 4

8 结果计算与表示 6

9 试验报告 7

附录 A（规范性） 小型释放舱系统通用技术条件 9

附录 B（规范性） 挥发性有机化合物测定 14

附录 C（规范性） 醛酮类化合物的测定 18

附录 D（规范性） 常用人造板及其制品的试验条件 23



前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 29899—2013《人造板及其制品中挥发性有机化合物释放量试验方法 小型释放舱法》，GB/T 29899—2013 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了范围(见第 1 章，2013 年版的第 1 章)；
- 更改了挥发性有机化合物的定义，增加了总醛酮化合物的定义(见第 3 章，2013 年版的第 3 章)；
- 更改了试件准备为样品与试件，增加了常用承载率(见第 6 章，2013 年版的第 6 章)；
- 更改了测试条件为试验条件，增加了常见试验条件(见 7.1.2，2013 年版的 7.1.2)；
- 更改了采样时间为试验周期确定(见 7.4，2013 年版的 7.4)；
- 更改了空气采样总则，并删除了甲醛的采样条款(见 7.6，2013 年版的 7.6)；
- 更改了采样的分析，并删除了甲醛的分析条款(见 7.6，2013 年版的 7.7)；
- 增加了质量释放速率的计算与表示(见 8.3)；
- 小型释放舱系统与小型释放舱系统实例合并更改为小型释放舱系统通用技术条件(见附录 A，2013 年版的附录 A、附录 D)；
- 增加了甲醛-DNPH 衍生物，修订了典型醛酮类-DNPH 衍生物色谱流出图(见附录 C，2013 年版的附录 C)；
- 增加了常用人造板及其制品的试验条件(见附录 D)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由国家林业和草原局提出。

本文件由全国人造板标准化技术委员会(SAC/TC 198)归口。

本文件起草单位：南京海关工业产品检测中心、浙江世友木业有限公司、浙江升华云峰新材股份有限公司、厦门市格灵生物技术有限公司、德华兔宝宝装饰新材股份有限公司、中国林业科学研究院木材工业研究所、东北林业大学、爱克太尔新材料(南京)有限公司、金华市海日家居用品有限公司、千年舟新材科技集团股份有限公司、江苏佳饰家新材料集团股份有限公司、久盛地板有限公司、瑞金市吉泰再生资源有限公司、广东产品质量监督检验研究院、徐州市检验检测中心、邳州市市场监督综合检验检测中心、吉林省产品质量监督检验院、睦尼试验设备(上海)有限公司、东莞市升微机电设备科技有限公司、济南海纳特科技有限公司、上海朴旭环保科技有限公司、上海拓谱环保设备有限公司。

本文件主要起草人：卢志刚、吴璟、张彰、朱海欧、张桂珍、龙玲、沈隽、倪月忠、施耀芳、陈智勇、李建章、张茜、袁纪法、陆铜华、汪广辉、徐立、朱甲文、赖德明、吴路明、葛友德、赵守成、卜环国、夏可瑜、肖华、沈巨东、张志翔。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2013 年首次发布为 GB/T 29899—2013；
- 本次为第一次修订。

人造板及其制品中挥发性有机化合物 释放量试验方法 小型释放舱法

1 范围

本文件描述了人造板及其制品中挥发性有机化合物(VOCs)、总挥发性有机化合物、醛酮类化合物和总醛酮化合物释放量的小型释放舱试验方法。

本文件适用于人造板(包括原辅材料)及其制品中挥发性有机化合物(VOCs)、总挥发性有机化合物、醛酮类化合物和总醛酮化合物释放量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 18259—2018 人造板及其表面装饰术语
- GB/T 36055 林业生物质原料分析方法 含水率的测定
- JJF(建材)182—2021 建材产品挥发物检测用环境测试舱校准规范
- JJF 1101—2019 环境试验设备温度、湿度参数校准规范
- JB/T 9512—2018 气候环境试验设备的发射噪声 声功率级的声压法测定

3 术语和定义

GB/T 18259—2018 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

空气交换率 air change rate

单位时间内进入释放舱的空气体积与释放舱有效容积的比值。

3.2

换气量 ventilation rate

单位时间内进入释放舱的空气体积。

3.3

表面风速 air velocity

释放舱中试件表面的空气流动速度。

3.4

试验周期 test period

从试验开始到采样结束之间的时间长度。

3.5

挥发性有机化合物 volatile organic compounds; VOCs

测试试件释放的,并由释放舱出口空气中检测到的所有有机化合物。



注：包括但不限于：苯系物（如苯、甲苯、乙苯、苯乙烯、对-二氯苯、三联苯、4-苯基环己烯、萘等）、烃类（如十一烷、正十四烷、甲基环己烷等）、萜烯类化合物等类单体。产品或限量文件中界定的 VOCs 称为“目标挥发性有机化合物”，简称目标 VOCs。

3.6

总挥发性有机化合物 total volatile organic compounds; TVOC

经非极性或非极性毛细管色谱柱（极性指数小于 10）分离，保留时间在正己烷至正十六烷之间的有机化合物总和。

注 1：根据峰面积定量，目标 VOCs 外的化合物以甲苯的响应因子计算。

注 2：TVOC 的计算与出口空气中 VOCs 浓度求和过程相似。

3.7

醛酮类化合物 carbonyl compounds

羰基类化合物

由测试试件释放，并由释放舱出口空气中检测到的所有醛、酮类化合物。

注：包括但不限于：甲醛、乙醛、丙烯醛、丙酮、苯甲醛、丁醛、戊醛、2,5-二甲基苯甲醛、丁烯醛、异戊醛、丙醛、己醛、邻-甲苯甲醛、对-甲苯甲醛、间-甲苯甲醛等。

3.8

总醛酮化合物 total volatile carbonyl compounds

甲醛、乙醛、丙烯醛、丙酮、苯甲醛、丁醛、戊醛、2,5-二甲基苯甲醛、丁烯醛、异戊醛、丙醛、己醛、邻-甲苯甲醛、对-甲苯甲醛和间-甲苯甲醛共 15 种醛酮类化合物的总和。

3.9

小型释放舱出口浓度 small chamber outlet concentration

释放浓度

试件放入释放舱后，某特定试验时间由释放舱出口处测得的 VOCs、醛酮类化合物的释放浓度。

3.10

背景浓度 background concentration

使用洁净空气为载气，空载时释放舱 VOCs、醛酮类化合物的出口浓度。

3.11

采运空白浓度 travel blank concentration

随采样吸附管进行储存、转移等操作且不进行空气采样的吸附管中 VOCs、醛酮类化合物的分析质量与对应采样体积的比值。

注：主要鉴别采样吸附管自身污染，及外部环境对采样吸附管的去塞、具塞、密闭转移期间的污染情况。

3.12

产品承载率 product loading factor

测试用试件的暴露表面积与释放舱容积的比值。

3.13

回收率 recovery

一定时间内流出释放舱的空气中目标 VOCs、醛酮类化合物的量，与进入释放舱的空气中的目标 VOCs、醛酮类化合物的质量的比值。

注：回收率提供了整个方法精确度的信息。

3.14

释放速率 emission factor; EF

试验开始后，单位样品、单位时间内测试试件释放的目标 VOCs、醛酮类化合物的质量。

3.15

测试试件 test specimen

特别制备的，在小型释放舱中进行释放测试，模拟待测产品或材料释放行为的部分样品。

4 原理

将试件置于一定条件(温度、湿度和空气交换率)的释放舱中,试件释放的 VOCs、醛酮类化合物与进入释放舱的空气混合后并从舱出口排出,以吸附介质在释放舱出口处分别捕集一定体积混合气体中的 VOCs 和醛酮类化合物,用合适的分析仪器测定质量浓度,根据释放浓度、产品承载率、气体交换率等计算 VOCs、TVOC、醛酮类化合物和总醛酮的释放速率。

5 仪器设备

5.1 小型释放舱系统

小型释放舱系统应符合附录 A 的规定。

5.2 恒流气体采样器

恒流气体采样器应符合附录 B、附录 C 的规定。

5.3 分析仪器

分析仪器应符合附录 B、附录 C 的规定。

6 样品与试件

6.1 样品要求

- 6.1.1 样品应采用铝箔或其他无有机物污染及释放的材料密封包装。
- 6.1.2 样品应尽快试验,如不能立即试验,应密闭包装并置于低于 20 °C 且无有机物污染的环境中保存,保存时间不超过 7 d。



6.2 试件制备

6.2.1 试件制备通用要求

试件的尺寸根据释放舱的有效容积和产品承载率确定,承载率取决于试验目的,常用承载率按照附录 D 的规定。
包装拆除后的时间为试验开始时间,应在 4 h 内制备试件并立即送入释放舱进行释放试验。

6.2.2 板状、层状装饰材料或产品的试件制备

板状、层状装饰材料或产品沿其长度方向,在中心部分选取测试试件,垂直于样品表面进行锯割。如产品允许,去边 50 mm 后制备试件。

6.2.3 拼接类产品或材料的试件制备

拼接类产品或材料(如地板、地板基材等)按图 1 选取、制备试验试件。

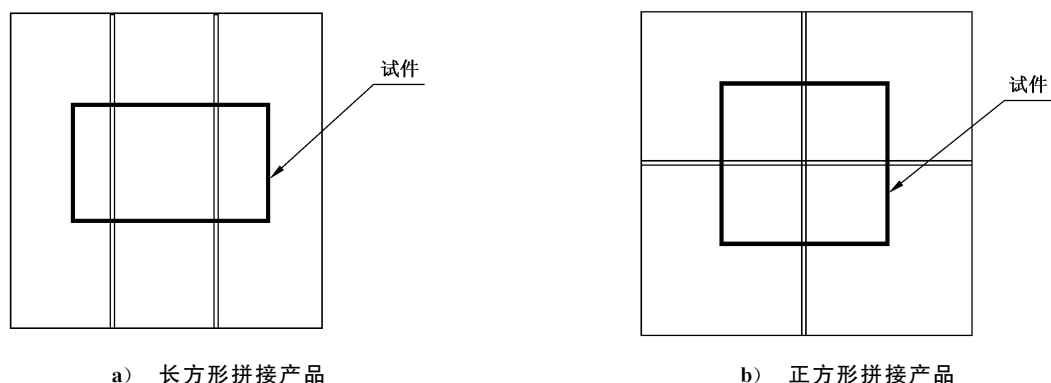


图 1 拼接类产品或材料试件制备示意图

6.2.4 刨花状、纤维状材料的试件制备

刨花状、纤维状材料以自然堆积状态平铺于两个直角不锈钢托盘中(托盘口部面积为 0.50 m^2),必要时,试件上放置一个不锈钢筛网防止试件溢出。

6.3 试件封边、封底

6.3.1 依据试验目的或产品及材料的应用场景对试件封底、封边,板状产品或材料的封底应采用背对背的方式。采用无有机物释放的铝箔类密封材料或密封框封边、封底。封边仅适用于试件制备时锯割所产生的断面。

6.3.2 封边封底,适用于地板、类似地板应用场景类产品和应用场景为单面暴露于空气中(如墙板、门套、踢脚线类等)的产品。

6.3.3 封边不封底,适用于双饰面人造板、未饰面人造板(如胶合板、层积材、集成材、刨花板等)、应用场景为双面暴露于空气中的单饰面人造板、不规则状产品(如楼梯扶手)和材料。

6.3.4 不封底不封边,适用于薄层状装饰材料或产品(如人造装饰薄木、装饰纸等)和完整产品(如镜框、办公椅、抽屉、床头柜等)。

7 试验步骤

7.1 释放舱准备

7.1.1 释放舱的清洗

用水清洗小型释放舱内壁,关闭舱门后将释放舱升至高温使舱壁表面的化学物质充分解吸并排至舱外,再将小型释放舱冷却到预定的温度。清洗后的释放舱背景浓度应符合 7.2 规定。

7.1.2 试验条件

释放舱温度、相对湿度、空气交换率等参数的范围和波动度应符合表 1 规定,并使释放舱处于 $(10 \pm 5) \text{ Pa}$ 的微正压状态。常用试验条件按照附录 D 执行。

表 1 释放舱的工作条件范围

释放舱参数/单位	参数范围	波动度
温度/℃	18~30	±0.3
相对湿度/%	40~60	±2
空气交换率/(次/h)	0.2~2.0	—
注 1：因释放舱内环境与实验室环境的差异,打开释放舱门装载测试试件时,会引发舱温度、湿度的变化,试验时记录这些变化。		
注 2：温度和相对湿度对释放速率有较大影响,其波动只与时间有关。		

7.2 背景浓度测试

待释放舱达到预定试验条件,按 7.6 采集和分析释放舱出口空气的背景浓度。释放舱 TVOC、挥发性有机化合物单体和甲醛的背景浓度应分别满足 $\leq 20\text{ }\mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $\leq 2\text{ }\mu\text{g}/\text{m}^3$ 和 $\leq 6\text{ }\mu\text{g}/\text{m}^3$ 要求。

注：空白吸附管不含有目标物。

7.3 试件放置

试件制备好后尽快置于释放舱中,测试试件应放置于舱内的中央位置以保证空气气流均匀分布于测试试件的释放表面。关闭舱门,确认释放舱的气密性和空气流量。

7.4 试验周期确定

7.4.1 试验周期

根据试验目的确定试验周期。原则上试验周期为 1 d、3 d、7 d、14 d 和 28 d,即试验开始后第 $(24\pm 0.5)\text{h}$ 、 $(72\pm 1)\text{h}$ 、 $(168\pm 1)\text{h}$ 、 $(336\pm 2)\text{h}$ 和 $(672\pm 4)\text{h}$ 混合空气采样,其他指定时间也可混合空气采样。

注：如进行释放衰减研究,试验开始 28 d 以后仍继续采样。

7.4.2 试验周期终止

当释放试验达到试验周期规定试验时间时,可终止试验,最后一次混合空气采样分析结果为试验结果。

如果释放试验未达到规定的试验周期,释放量已低于产品限量值,可以终止试验,最后一次混合空气采样分析结果为试验结果。

如果释放试验未达到规定的试验周期,释放量已达到稳定释放状态即间隔 24 h 两次混合空气采样分析结果的相对偏差 $\leq 5\%$,可终止试验,最后一次采样结束时间为试验周期结束时间,混合空气采样分析结果为平衡释放浓度。

注：如无特别规定,稳定释放状态是指总挥发性有机化合物释放量达到的稳定释放状态。

7.5 试验期间试件的储存

当试验周期较长时,可将测试试件从释放舱中取出,自由放置于与试验条件相同的环境中,并避免受其他有机物的污染。混合空气采样时,应至少提前 72 h 将测试试件重新置于释放舱(7.1.2)中。

7.6 空气采样与分析

7.6.1 通用采样条件

释放舱内温度和相对湿度稳定 8 h 后方可进行混合空气采样。采样管进气端与释放舱出口直接连接,采样管出气端与恒流气体采样器之间的导管尽可能短,以保证流经采样管、采样器的气体温度与舱内温度一致。

采样流量、采样时间根据释放舱内化合物浓度确定。采样时避免吸附剂的穿透现象,如无法预测吸附剂是否被穿透或释放舱出口浓度,首次采样时,应将两个采样管串联,按式(1)确认吸附剂是否穿透,当计算结果满足式(1)要求时,可视为无穿透现象发生。

$$\frac{C_1}{C_1 + C_2} \geq 95\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

C_1 ——前端吸附管中目标化合物的分析浓度,单位为微克每立方米($\mu\text{g}/\text{m}^3$);

C_2 ——后端吸附管中目标化合物的分析浓度,单位为微克每立方米($\mu\text{g}/\text{m}^3$)。

注:对于内装 200 mg 的聚 2,6-二苯基对苯醚吸附管,通常其采样流量为 50 mL/min~200 mL/min,最大采样量不超过 5 L;对于内装 75 μg DNPH 的吸附管,通常其采样流量为 200 mL/min~300 mL/min,采样量为 10 L 左右。

7.6.2 挥发性有机化合物的采样与分析

挥发性有机化合物的采样、分析和数据处理按照附录 B 进行。



7.6.3 醛酮类化合物的采样与分析

醛酮类化合物的采样、分析和数据处理按照附录 C 进行。

8 结果计算与表示

8.1 总则

挥发性有机化合物释放量可以用释放浓度或释放速率表示。释放浓度的计算按照附录 B 和附录 C,释放速率根据释放浓度、空气交换率和产品承载率等计算。

根据产品特性,可选用体积释放速率、面积释放速率、长度释放速率、单元释放速率或质量释放速率表示挥发性有机化合物释放量的试验结果。

8.2 释放浓度计算与表示

试验周期为 t 时,挥发性有机化合物如目标 VOCs、TVOC、醛酮类化合物和总醛酮的释放浓度($C_{x,t}$)的计算与表示方式按照 B.4.3 和 C.5.3。

8.3 释放速率计算与表示

试验周期为 t 时,挥发性有机化合物体积释放速率、面积释放速率、长度释放速率、单元释放速率或质量释放速率与释放浓度($C_{x,t}$)、空气交换率(n)、产品承载率(L)关系如式(2)~式(6)所示。

$$\text{EF}_{x,a,t} = \frac{C_{x,t} \times Q}{A} = \frac{C_{x,t} \times nV}{A} = C_{x,t} \times q = C_{x,t} \times \frac{n}{L} \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$\text{EF}_{x,l,t} = \frac{C_{x,t} \times Q}{l} \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$EF_{x,v,t} = \frac{C_{x,t} \times Q}{v} \dots\dots\dots (4)$$

$$EF_{x,u,t} = \frac{C_{x,t} \times Q}{u} \dots\dots\dots (5)$$

$$EF_{x,m,t} = \frac{C_{x,t} \times Q}{m} \dots\dots\dots (6)$$

- 式中：
- $EF_{x,u,t}$ —— 试验时间为 t 时,挥发性有机化合物如目标 VOCs、TVOC、醛酮类化合物和总醛酮 x 的面积释放速率,单位为微克每平方米小时[$\mu\text{g}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$];
 - $C_{x,t}$ —— 试验时间为 t 时,挥发性有机化合物如目标 VOCs、TVOC、醛酮类化合物和总醛酮 x 的释放浓度,单位为微克每立方米($\mu\text{g}/\text{m}^3$);
 - Q —— 小型释放舱的换气量,单位为立方米每小时(m^3/h);
 - A —— 测试试件可释放有机物的表面积,单位为平方米(m^2);
 - n —— 小型释放舱的空气交换率,单位为次每小时(次/h);
 - V —— 小型释放舱的有效体积,单位为立方米(m^3);
 - q —— 小型释放舱中的测试试件的单位面积换气量,单位为立方米每平方米小时[$\text{m}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$];
 - L —— 小型释放舱中测试试件的长度,单位为米(m);
 - $EF_{x,l,t}$ —— 试验时间为 t 时,挥发性有机化合物如目标 VOCs、TVOC、醛酮类化合物和总醛酮 x 的长度释放速率,单位为微克每米小时[$\mu\text{g}/(\text{m} \cdot \text{h})$];
 - l —— 小型释放舱中的测试试件的面积承载率(产品面积承载率),单位为平方米每立方米(m^2/m^3);
 - $EF_{x,v,t}$ —— 试验时间为 t 时,挥发性有机化合物如目标 VOCs、TVOC、醛酮类化合物和总醛酮 x 的体积释放速率,单位为微克每立方米小时[$\mu\text{g}/(\text{m}^3 \cdot \text{h})$];
 - v —— 小型释放舱中测试试件的体积,单位为立方米(m^3);
 - $EF_{x,u,t}$ —— 试验时间为 t 时,挥发性有机化合物如目标 VOCs、TVOC、醛酮类化合物和总醛酮 x 的单元释放速率,单位为微克每单元小时[$\mu\text{g}/(\text{数量单位} \cdot \text{h})$];
 - u —— 小型释放舱中测试试件的单元数,单位为数量单元(件或套);
 - $EF_{x,m,t}$ —— 试验时间为 t 时,挥发性有机化合物如目标 VOCs、TVOC、醛酮类化合物和总醛酮 x 的质量释放速率,单位为微克每千克小时[$\mu\text{g}/(\text{kg} \cdot \text{h})$];
 - m —— 小型释放舱中测试试件的质量,单位为千克(kg)。

注：释放速率能通过时间-浓度曲线或浓度-时间数据的衰减模型计算获得。

9 试验报告

试验报告应包括下列信息。

- a) 测试实验室：
 - 实验室名称和地址；
 - 负责人姓名。
- b) 样品与试件描述：
 - 产品类型、名称；
 - 样品来源(如随机抽样、送样)；
 - 产品详细信息,至少包括生产日期、批次、包装方式；
 - 到达实验室日期、储存环境(如温度、堆放等)、测试样品的拆封时间等。



- c) 试验结果：
 - 开始试验时间、试验周期及该试验周期的挥发性有机化合物、总挥发性有机化合物、醛酮类化合物和总醛酮释放浓度或释放速率；
 - 是否稳定释放状态(必要时)；
 - 试样的含水率(必要时)。
- d) 测试条件：
 - 释放舱测试条件(温度、相对空气湿度、空气交换率等)；
 - 测试试件面积或单元数、尺寸、质量和承载率；
 - 封边、封底情况(含密封材料或密封方式)；
 - 释放挥发性有机化合物、醛酮类化合物的采样情况(吸附剂、采样体积、试件放入释放舱后的采样过程和次数)。
- e) 设备信息：
 - 释放舱容积；
 - 分析用仪器；
 - 释放舱的背景浓度。



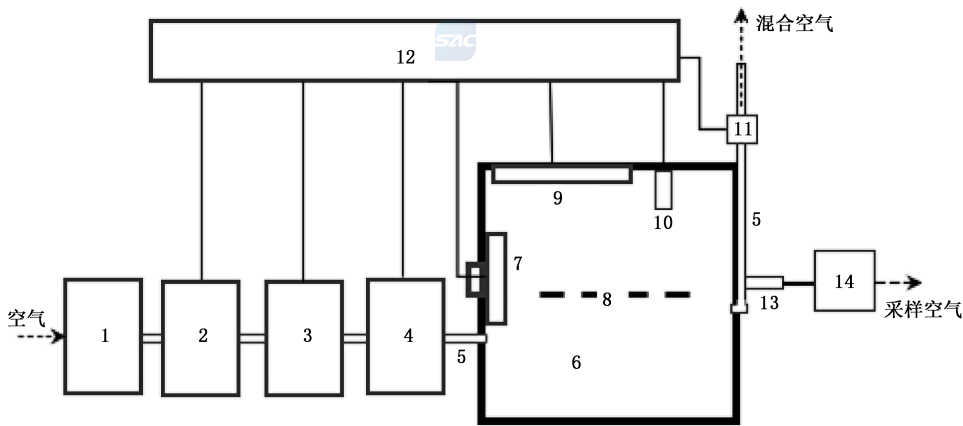
附 录 A

(规范性)

小型释放舱系统通用技术条件

A.1 小型释放舱系统组成

小型释放舱系统通常由空气供给装置、载气净化装置、载气流量调整装置、载气湿度调整装置、小型释放舱舱体、释放舱温度调整装置、载气循环装置、压力控制系统、运行参数及监视记录系统和混合空气采样系统构成。小型释放舱系统示意图见图 A.1。



标引序号说明：

- 1 —— 空气供给装置；
- 2 —— 载气净化装置；
- 3 —— 载气流量调整装置；
- 4 —— 载气湿度调整装置；
- 5 —— 连接管线；
- 6 —— 小型释放舱舱体；
- 7 —— 载气循环装置；
- 8 —— 试件架和试件密封装置；
- 9 —— 释放舱温度调整装置；
- 10 —— 传感器；
- 11 —— 压力控制装置；
- 12 —— 运行参数及监视记录系统；
- 13 —— 采样管；
- 14 —— 气体采样器。

图 A.1 小型释放舱系统示意图

A.2 小型释放舱主要技术参数

- A.2.1 有效容积:公称值 $\pm 1\%$,常用规格为 60 L、225 L、500 L 和 1 000 L。
- A.2.2 温度:调节范围 $18\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 30\text{ }^{\circ}\text{C}$,偏差 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$,均匀度 $1.0\text{ }^{\circ}\text{C}$,波动度 $\pm 0.3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- A.2.3 相对湿度:调节范围 $40\%\sim 60\%$,偏差 $\pm 3\%$,均匀度 3% ,波动度 $\pm 2\%$ 。
- A.2.4 载气交换率:调节范围 $0.2\text{ 次/h}\sim 2.0\text{ 次/h}$,偏差 $\pm 3\%$ 。

A.2.5 舱内气流速度(表面风速):调节范围 0.1 m/s~0.5 m/s。

A.2.6 舱内压力:微正压(10 ± 5)Pa。

A.2.7 背景浓度:空载时,释放舱与交换气体产生的总背景浓度为挥发性有机化合物单体 $\leq 2 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、甲醛 $\leq 6 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 、TVOC $\leq 20 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 。

A.2.8 回收率:甲苯和正十二烷的回收率不小于 80%。

A.2.9 空气交换系数:不小于 90%。

A.3 使用条件

A.3.1 环境温度:15℃~30℃。

A.3.2 环境相对湿度:不大于 85%。

A.3.3 空气环境:空气环境应无有机物污染且保持通风,以避免有机物在放置样品进入舱内或载气净化装置超负荷工作,导致背景浓度升高。

A.3.4 供电电压:(220 ± 22)V 或(380 ± 38)V。

A.3.5 供电频率:(50 ± 0.5)Hz。

A.3.6 无阳光直接照射,无强烈气流直吹或其他热源直接辐射,周围无强电磁场干扰。

A.4 要求

A.4.1 外观

外观应平整光滑,色泽均匀,不应露底、起层、鼓泡。

A.4.2 尺寸

A.4.2.1 扣除空气循环装置、样品架等装置后,释放舱有效容积应满足 A.2 要求。

A.4.2.2 确定舱内部长、宽、高比例时,应考虑载气循环装置对载气的混合能力,使空气交换系数不小于 90%,见 A.2 和 A.4.8.3。

A.4.3 舱体

A.4.3.1 材料

释放舱内壁、连接管线内壁、空气循环装置及样品架应为不与试件(测试样品)释放物发生反应、不吸附和释放挥发性有机化合物、醛酮类化合物的惰性材料,如不锈钢等。

舱门和试件的密封材料应证明不会增加释放舱的背景浓度。

材料在高温热清洗条件下应保持稳定。

A.4.3.2 材料表面要求

释放舱和供气管路内壁、载气循环装置和样品架外壁表面应光滑且易于清洗。

A.4.4 气密性

释放舱系统为气密性结构,载气通过释放舱气体出口管道主动排放至设备安装房间外部(或释放舱气体出口管道具有净化功能)。舱门与舱体接触面、载气管道连接处和载气循环系统驱动装置等部位不应有载气泄漏现象。释放舱气密性应满足如下要求之一:

- 1 000 Pa 的正压条件下,气体泄漏率不大于有效容积的 0.5%/min;
- A.2 条件下,进口和出口气体流量差小于 5%。

气密性验证按照 JJF(建材)182—2021 规定进行,至少每年验证 1 次。

A.4.5 表面温度

当高温清洗舱体内壁时,舱外壁表面温度不应高于 60 ℃,以避免人员接触时发生灼伤。

A.4.6 连续稳定工作时间

释放舱连续工作时间应不少于 30 d。

A.4.7 噪声

释放舱系统工作状态下,噪声值应不大于 55 dB。噪声试验按照 JB/T 9512—2018 的规定进行。

A.4.8 载气交换

A.4.8.1 清洁载气供给

载气由空气供给装置提供,经载气净化装置和流量控制、温湿度调整后,再连接管线进入箱体,进入释放舱清洁载气背景浓度应满足 A.2 要求,按 7.2 规定验证。

A.4.8.2 载气流量控制

采用电子质量流量控制装置以保证载气流量连续恒定,载气交换量在释放舱混合空气出口处测量验证,至少每年 1 次。

A.4.8.3 载气循环

A.4.8.3.1 空气交换系数

舱内载气循环通过载气循环装置和载气供给实现。载气循环装置确保舱内空气充分混合,释放舱中空气交换系数应不小于 90%。

以惰性材料(如玻璃板、不锈钢板等)作为空白测试试件,按下列方法之一验证空气交换系数。

方法 1——浓度递增法:将适量的恒定浓度、流量的示踪气体均匀混入释放舱进口载气气流中,测量释放舱出口混合空气中示踪气体浓度随时间的变化关系。由释放舱出口浓度和时间曲线计算空气交换系数。

方法 2——浓度递减法:将示踪气体源置于舱中,以清洁空气为载气,用舱内载气循环将示踪气体分散均匀,测量释放舱出口混合空气中示踪气体浓度随时间的变化关系,由释放舱出口浓度和时间曲线计算出空气交换系数。

释放舱的空气交换系数(η)根据名义空气交换时间(τ_n)和平均空气交换时间($\langle \bar{\tau} \rangle$)计算,见式(A.1)。

$$\eta = \tau_n / \langle \bar{\tau} \rangle \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

- η ——空气交换系数,%;
- τ_n ——名义交换时间,单位为小时(h);
- $\langle \bar{\tau} \rangle$ ——平均空气交换时间,单位为小时(h);
- 名义空气交换时间 τ_n 按式(A.2)计算。

$$\tau_n = V / Q \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

- τ_n ——名义交换时间,单位为小时(h);
- V ——小型释放舱的空气体积,单位为立方米(m³);

Q ——小型释放舱的换气量,单位为立方米每小时(m^3/h)。

当使用方法 1——浓度递增法时,平均空气交换时间 $\langle \bar{\tau} \rangle$ 按式(A.3)计算。

$$\langle \bar{\tau} \rangle = \frac{Q}{V} \int_0^{\infty} t \left[1 - \frac{C_e(t)}{C_s} \right] dt \quad \dots\dots\dots (\text{A.3})$$

式中:

$\langle \bar{\tau} \rangle$ ——平均空气交换时间,单位为小时(h);

Q ——小型释放舱的换气量,单位为立方米每小时(m^3/h);

V ——小型释放舱的空气体积,单位为立方米(m^3);

t ——试验时间,单位为小时(h);

$C_e(t)$ ——一定时间 t 时小型释放舱出口空气中示踪气体浓度,单位为微克每立方米($\mu\text{g}/\text{m}^3$);

C_s ——试验开始后示踪气体达到充分平衡时的平衡浓度,单位为微克每立方米($\mu\text{g}/\text{m}^3$)。

当使用方法 2——浓度递减法时,平均空气交换时间 $\langle \bar{\tau} \rangle$ 按式(A.4)计算。

$$\langle \bar{\tau} \rangle = \frac{Q}{V} \int_0^{\infty} t \frac{C_e(t)}{C(0)} dt \quad \dots\dots\dots (\text{A.4})$$

式中:

$\langle \bar{\tau} \rangle$ ——平均空气交换时间,单位为小时(h);

Q ——小型释放舱的换气量,单位为立方米每小时(m^3/h);

V ——小型释放舱的有效容积,单位为立方米(m^3);

t ——试验时间,单位为小时(h);

$C_e(t)$ ——一定时间 t 时小型释放舱出口空气中示踪气体浓度,单位为微克每立方米($\mu\text{g}/\text{m}^3$);

$C(0)$ ——示踪气体初始浓度,单位为微克每立方米($\mu\text{g}/\text{m}^3$)。

A.4.8.3.2 舱内气流速度

载气循环装置可控制载气通过试件表面的气流速度,舱内气流速度(表面风速)应符合 A.2.5 的规定。表面风速测量应在箱内温度为 23℃、相对湿度为 50% 的空载条件下进行,验证点位于箱内几何中心。

A.4.9 舱内温、湿度控制

载气经湿度调节、温度调节和载气循环实现舱内温、湿度和分布均匀。应有高、低温度和高、低湿度报警防护系统,释放舱内壁不应出现表面水冷凝现象。舱内温、湿度按照 JIF 1101—2019 规定验证。

A.4.10 空气采样装置

空气采样时,换气量保持稳定不变,采样流量应小于进气流量。

通常在释放舱混合空气出口采集分析空气,采样管可直接安装在混合空气出口处的舱体上或混合空气排出管上靠近舱体混合空气出口处,以保证流经采样管的气体温度与释放舱内载气温度保持一致,并避免结露。

当在舱其他位置设置采样口采样时,应保证所采集的混合空气与出口处混合空气组分相同。

A.4.11 回收率

试件释放的有机物经载气循环装置充分混合后,应均匀分布于载气中并由舱混合空气出口排出。回收率用于评价采样口所获得的有机物试验质量与试件所释放的有机物释放质量的一致性。验证目标物通常为甲苯、正十二烷类弱极性化合物,若释放舱主要用于非极性化合物释放试验时,应验证其典型非极性物质的回收率。

通常在温度 23 ℃、相对湿度 50%和载气交换率 1.0(次/h)条件下,以有机物混合溶液或测试试件为释放源,按下列方法之一验证目标物的回收率(见式 A.5),当存在争议时以方法 1 为准。

方法 1——质量回收法:待释放舱处于工作状态,精确取(500 μg~1 000 μg)各目标化合物置于释放舱中心处的表面皿中立即关闭舱门,按 7.6 规定采样和分析,其中自目标化合物放入舱中至第 6 小时为连续采样(应更换吸附管),第 6 小时后可间隔采样直至第 24 小时,采样间隔视浓度衰减确定。绘制由出口浓度—时间曲线,积分法计算累积采样质量(S)。

$$R = \frac{(S \times V \times N) \times 100}{M} \dots\dots\dots (A.5)$$

- 式中:
- R —— 目标物质回收率,%;
 - S —— 累积采样质量(积分面积),单位为纳克每立方米(ng/m³);
 - V —— 释放舱有效容积,单位为立方米(m³);
 - N —— 载气交换率,单位为次每小时(次/h);
 - M —— 目标物初始质量,单位为纳克(ng)。

方法 2——舱串联法:将第一只释放舱(前舱)混合空气出口管道替代第二只释放舱(后舱)的连接管线,直接接入后舱舱体(图 A.1 中 6)中,待前、后舱温度、湿度、载气流量稳定平衡后,在前舱中放入已处于稳定释放状态的测试试件,第 72 小时后按 7.6 规定分别于前、后舱混合空气出口处采样和分析。目标化合物的回收率为后舱释放浓度与前舱释放浓度比值的百分率。

A.4.12 监视装置

监视装置应实时显示和记录的信息至少包括:温度、相对湿度、空气流量、气流速度、压力,样品标记、放入时间,过程取出信息等,连续记录时间应不少于 30 d,保存时间不少于 180 d。

- 温度、相对湿度、空气流量、气流速度示值偏差应满足以下要求:
- a) 温度:±0.5 ℃;
 - b) 相对湿度:±3%;
 - c) 空气流量:±3%;
 - d) 气流速度:±0.05 m/s。



附 录 B
(规范性)
挥发性有机化合物测定

B.1 材料和试剂

B.1.1 聚 2,6-二苯基对苯醚吸附管:规格通常为 $\Phi 6 \times 89$ mm,内装 200 mg 粒径为 60 目~80 目聚 2,6-二苯基对苯醚吸附剂的不锈钢或玻璃管,使用前采用惰性气体(如氮气)高温净化,最高净化温度不应高于 320 °C,以防止吸附剂分解,净化时间不少于 30 min,净化后或使用前应检查其无干扰色谱峰存在。

B.1.2 标准样品:苯、甲苯、乙苯、苯乙烯、二甲苯、4-苯基环己烯、萘、三联苯、对-二氯苯、正十四烷等,以及其他目标物单体或标准气体。

B.1.3 色谱纯试剂:甲醇、正己烷、正十六烷等。

B.1.4 标准溶液储备液:移取少量甲醇于 100 mL 棕色容量瓶中,减量法分别称取 0.2 g(精确至 0.2 mg)标准样品(B.1.2)置于容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。该标准溶液储备液在 0 °C~4 °C 的冰箱中密闭保存,有效期为 4 周。

B.1.5 标准工作溶液:移取适量上述标准溶液储备液(B.1.4)于 100 mL 棕色容量瓶中,以甲醇稀释至刻度,使标准工作溶液的质量浓度分别为 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 、500 $\mu\text{g/mL}$ 、200 $\mu\text{g/mL}$ 、50 $\mu\text{g/mL}$ 和 10 $\mu\text{g/mL}$ 。分装于 2 mL 具塞样品瓶待用。该标准工作溶液在 0 °C~4 °C 的冰箱中密闭保存,有效期为 2 周。

B.1.6 微量进样针:1 μL 、5 μL 、500 μL 。

B.1.7 棕色容量瓶:10 mL、100 mL。

B.1.8 具塞样品瓶:2 mL。

B.1.9 载气:氮气、氦气,纯度大于 99.999%。

B.1.10 燃烧气:氢气,纯度大于 99.999%。

B.2 仪器和设备

B.2.1 气相色谱质谱联用仪:配有质量选择检测器(MSD)。

B.2.2 气相色谱仪:配有氢火焰离子化火焰检测器(FID)。

B.2.3 热脱附装置:能对采样管进行热脱附,脱附后的气体可进入毛细管色谱柱。其脱附温度、时间、气体流速可调。

注:当使用质量选择检测器(MSD)时,使用具有出口分流的热脱附装置。

B.2.4 热老化装置:能在惰性气体条件下(如高纯氮气)对吸附管进行热净化。净化温度、时间、气体流量可调,通常温度可控制范围为室温 10 °C~350 °C,控温精度 ± 1 °C。

B.2.5 电子气体流量计:最大流量 500 mL/min,精度 $\pm 5\%$ 。

B.2.6 恒流气体采样器:流量范围为 0 mL/min~500 mL/min,精度 $\pm 5\%$ 。

B.2.7 分析天平:精度为 0.000 1 g。

B.3 试验步骤**B.3.1 VOCs 的采样**

将恒流气体采样器与聚 2,6-二苯基对苯醚吸附管连接,吸附管进样端与释放舱采样口连接,采集释放舱出口混合空气中的 VOCs。同时将一支相同运输、储存条件的吸附管在采样现场打开管套后,略

待片刻,再套上管套,用于测定采运空白浓度(含吸附管空白)。

吸附管安装位置应符合 A.1 的规定,吸附管与采集器连接管线尽可能短,注意控制环境温度避免结露。若进入采样器的气体温度偏离释放舱温度范围,应将采样体积校正为释放条件状态体积。

对于内装 200 mg 吸附剂聚 2,6-二苯基对苯醚的吸附管,通常采样流量为 50 mL/min~200 mL/min,最大采样量为 5 L。首次采样时应串联一支吸附管以确认是否被穿透。

B.3.2 标准样品吸附管的制备

室温状态下,调节热老化装置氮气流量为 50 mL/min~100 mL/min,将净化好的吸附管采样端用连接软管与热老化装置出气端相连,用 1 μ L 微量进样针分别吸取 1 μ L 的标准工作溶液(B.1.5),由连接管微孔处缓慢注入吸附管吸附剂表面,载气吹扫 5 min~6 min 后,立即套上管套,置于铝制金属盒中保存。

注:采用内标法时,在注入标准工作溶液后,再同程序注入 1 μ L 内标溶液。

B.3.3 分析测试条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出分析条件的普遍参数。采用下列操作条件已被证明对测试是合适的。

a) 热脱附装置分析条件:

- 1) 吸附管热脱附温度:250 $^{\circ}$ C~280 $^{\circ}$ C;
- 2) 吸附管热脱附时间:5 min~15 min;
- 3) 脱附气体流量:30 mL/min~50 mL/min;
- 4) 冷阱捕集温度:-30 $^{\circ}$ C~-10 $^{\circ}$ C;
- 5) 冷阱加热速率:40 $^{\circ}$ C/s;
- 6) 冷阱热脱附温度:280 $^{\circ}$ C~300 $^{\circ}$ C;
- 7) 冷阱热脱附时间:5 min~10 min;
- 8) 传输线温度:220 $^{\circ}$ C~250 $^{\circ}$ C;
- 9) 分流比:根据浓度确定分流比。

b) 气相色谱仪(GC-FID)分析条件:

- 1) 毛细管色谱柱:极性指数小于 10,柱长 50 m~60 m,内径 0.25 mm,膜厚 0.25 μ m,或其相当者;
- 2) 色谱柱温度:40 $^{\circ}$ C(1 min) $\xrightarrow{5\text{ }^{\circ}\text{C/min}}$ 100 $^{\circ}$ C $\xrightarrow{10\text{ }^{\circ}\text{C/min}}$ 250 $^{\circ}$ C(10 min)
- 3) 检测器温度:250 $^{\circ}$ C;
- 4) 载气:高纯氮。

c) 气相色谱质谱仪(GC-MSD)分析条件:

- 1) 毛细管色谱柱:极性指数小于 10,柱长 50 m~60 m,内径 0.25 mm,膜厚 0.25 μ m;
- 2) 色谱柱温度:40 $^{\circ}$ C(1 min) $\xrightarrow{5\text{ }^{\circ}\text{C/min}}$ 100 $^{\circ}$ C $\xrightarrow{10\text{ }^{\circ}\text{C/min}}$ 250 $^{\circ}$ C(10 min)
- 3) 色谱质谱接口温度:250 $^{\circ}$ C;
- 4) 质量扫描范围和方式:扫描范围为 25 μ ~350 μ ,扫描方式为全扫描;
- 5) 载气:高纯氮;
- 6) 电离能量:70 eV;
- 7) 离子源(EI)温度:250 $^{\circ}$ C。

B.3.4 分析测试

按上述条件设置热脱附装置和色谱工作参数,确认系统无干扰后,依次放入标准样品吸附管、采运

空白浓度吸附管、舱空白吸附管和样品吸附管进行测试。应对色谱峰逐一识别,根据保留时间定性,峰面积定量。如保留时间定性有疑问时,应根据质谱图定性。

注:优先选用 GC-MSD。

B.4 数据处理

B.4.1 线性校准方程

根据标准样品吸附管中各有机物单体的质量及相应色谱峰面积,通过最小二乘法拟合得到线性校准方程式(B.1),其线性相关系数 γ^2 应大于 0.995。

$$A_{ci} = K_{ci} \times m_{ci} + b_{ci} \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

A_{ci} ——标准样品吸附管中单体 i 的色谱峰面积;

K_{ci} ——单体 i 的线性校准方程的斜率;

m_{ci} ——标准样品吸附管中单体 i 的质量,单位为微克(μg);

b_{ci} ——单体 i 的线性校准方程在 Y 轴上的截距。

B.4.2 吸附管解吸量的计算

B.4.2.1 目标单体解吸量的计算



吸附管中苯、甲苯、二甲苯等目标单体的解吸量按式(B.2)计算。

$$M_{ci,t} = (A'_{ci,t} - b_{ci}) / K_{ci} \quad \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

$M_{ci,t}$ ——试验周期为 t 时,吸附管中苯、甲苯、二甲苯等目标单体 i 的解吸量,单位为微克(μg);

$A'_{ci,t}$ ——试验周期为 t 时,吸附管中苯、甲苯、二甲苯等目标单体 i 的色谱峰面积;

b_{ci} ——苯、甲苯、二甲苯等目标单体 i 线性校准方程在 Y 轴上的截距;

K_{ci} ——苯、甲苯、二甲苯等目标单体 i 线性校准方程的斜率。

B.4.2.2 其他 VOCs 单体解吸量的计算

除苯、甲苯、二甲苯等目标单体外,其他 VOCs 单体的解吸量按甲苯的线性校准方程(B.2)计算。

B.4.2.3 总挥发性有机化合物解吸量的计算

总挥发性有机化合物按式(B.3)计算。

$$M_{cT,t} = \sum M_{ck,t} + \sum M_{ci,t} \quad \dots\dots\dots (B.3)$$

式中:

$M_{cT,t}$ ——试验周期为 t 时,总挥发性有机化合物的解吸量,单位为微克(μg);

$M_{ck,t}$ ——试验周期为 t 时,除目标单体外其他单体 k 的解吸量,单位为微克(μg);

$M_{ci,t}$ ——试验周期为 t 时,苯、甲苯、二甲苯等目标单体 i 的解吸量,单位为微克(μg)。

B.4.3 释放浓度的计算

B.4.3.1 目标单体释放浓度的计算

苯、甲苯、二甲苯等目标单体的释放浓度按式(B.4)计算。

$$C_{ci,t} = \frac{M_{ci,t} - M_{ib,t}}{V_t} \quad \dots\dots\dots (B.4)$$

式中：

- $C_{ci,t}$ ——试验周期为 t 时,苯、甲苯、二甲苯等目标单体 i 释放浓度,单位为毫克每立方米(mg/m^3);
- $M_{ci,t}$ ——试验周期为 t 时,样品管中苯、甲苯、二甲苯等目标单体 i 的解吸量,单位为微克(μg);
- $M_{ib,t}$ ——试验周期为 t 时,采运空白吸附管中苯、甲苯、二甲苯等目标单体 i 的解吸量,单位为微克(μg);
- V_t ——试验周期为 t 时的采样体积,单位为升(L)。

B.4.3.2 总挥发性有机物的释放浓度

总挥发性有机物的释放浓度按式(B.5)计算。

$$C_{T,t} = \frac{\sum M_{ck,t} - \sum M_{kb,t}}{V_t} + \frac{\sum M_{ci,t} - \sum M_{ib,t}}{V_t} = \sum C_{k,t} + \sum C_{i,t} \quad \dots\dots\dots (\text{B.5})$$

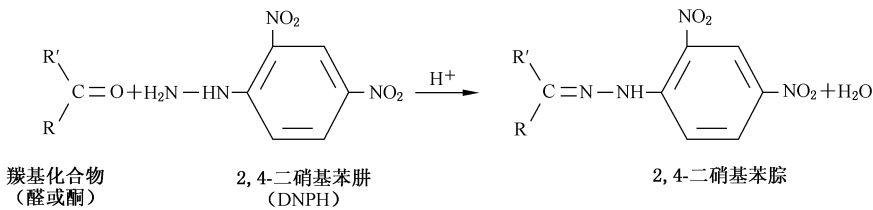
式中：

- $C_{T,t}$ ——试验周期为 t 时,总挥发性有机物的释放浓度,单位为毫克每立方米(mg/m^3);
- $M_{ck,t}$ ——试验周期为 t 时,样品管中除目标单体外,其他 VOCs 单体 k 的解吸量,单位为微克(μg);
- $M_{kb,t}$ ——试验周期为 t 时,采运空白吸附管中其他单体 k 的解吸量,单位为微克(μg);
- $M_{ci,t}$ ——试验周期为 t 时,样品管中苯、甲苯、二甲苯等目标单体 i 的解吸量,单位为微克(μg);
- $M_{ib,t}$ ——试验周期为 t 时,采运空白吸附管中苯、甲苯、二甲苯等目标单体 i 的解吸量,单位为微克(μg);
- V_t ——试验周期为 t 时的采样体积,单位为升(L);
- $C_{k,t}$ ——试验周期为 t 时,除目标单体外其他 VOCs 单体 k 的释放浓度,单位为毫克每立方米(mg/m^3);
- $C_{i,t}$ ——试验周期为 t 时,苯、甲苯、二甲苯等目标单体 i 的释放浓度,单位为毫克每立方米(mg/m^3)。

附 录 C
(规范性)
醛酮类化合物的测定

C.1 方法原理

2,4-二硝基苯肼(DNPH)吸附管主动采集一定体积的释放舱出口空气,空气中醛酮类化合物组分与吸附管内 DNPH 反应,生成稳定的衍生化合物,用乙腈洗脱后,反相液相色谱柱分离,配有紫外检测器或二极管阵列检测器高效液相色谱仪测定,外标法定量。反应式见图 C.1。



标引序号说明:

R —— 烷基或芳香基团(酮),或氢原子(醛);

R' —— 烷基或芳香基团(酮)。

图 C.1 醛酮类化合物反应式

C.2 试剂和材料

C.2.1 试验用试剂和水

除非另有说明,所用试剂为色谱纯,水至少应符合 GB/T 6682 二级水。

C.2.2 2,4-二硝基苯肼(DNPH)吸附管

管内至少填充有 350 mg 涂覆 2,4-二硝基苯肼(DNPH)的硅胶,2,4-二硝基苯肼的含量不低于硅胶质量的 0.29%,其对甲醛的衍生化能力不低于 75 μg 。

C.2.3 乙腈($\text{C}_2\text{H}_5\text{N}$)

HPLC 级。



C.2.4 醛酮-2,4-二硝基苯腙标准试剂

醛酮类化合物的相应浓度约为 15 $\mu\text{g}/\text{mL}$,典型醛酮类化合物及 DNPH 衍生物信息见表 C.1,溶剂为乙腈。

表 C.1 典型醛酮类化合物及 DNPH 衍生物

序号	醛酮类单体				醛酮类-DNPH 衍生物		
	中文名称	英文名称	CAS 号	相对分子质量	名称	CAS 号	相对分子质量
1	甲醛	Formaldehyde	50-00-0	30	甲醛-2,4-DNPH	1081-15-8	210
2	乙醛	Acetaldehyde	75-07-0	44	乙醛-2,4-DNPH	1019-57-4	224
3	丙烯醛	Acrolein	107-02-8	56	丙烯醛-2,4-DNPH	888-54-0	236
4	丙酮	Acetone	67-64-1	58	丙酮-2,4-DNPH	1567-89-1	238
5	丙醛	Propionaldehyde	123-38-6	58	丙醛-2,4-DNPH	725-00-8	238
6	丁烯醛	Crotonaldehyde	4170-30-3	70	丁烯醛-2,4-DNPH	1527-96-4	250
7	丁醛	Butyraldehyde	123-72-8	72	丁醛-2,4-DNPH	1527-98-6	252
8	苯甲醛	Benzaldehyde	100-52-7	106	苯甲醛-2,4-DNPH	1157-84-2	286
9	异戊醛	Isovaleraldehyde	590-86-3	86	异戊醛-2,4-DNPH	2256-01-1	266
10	戊醛	Valeraldehyde	110-62-3	86	戊醛-2,4-DNPH	2057-84-3	266
11	邻甲苯甲醛	o-Tolualdehyde	529-20-4	120	邻甲苯甲醛-2,4-DNPH	1773-44-0	300
12	间甲苯甲醛	m-Tolualdehyde	620-23-5	120	间甲苯甲醛-2,4-DNPH	2880-05-9	300
13	对甲苯甲醛	p-Tolualdehyde	104-87-0	120	对甲苯甲醛-2,4-DNPH	2571-00-8	300
14	己醛	Hexaldehyde	66-25-1	100	己醛-2,4-DNPH	1527-97-5	280
15	2,5-二甲基苯甲醛	2,5-Dimethyl benzaldehyde	5779-94-2	134	2,5-二甲基苯甲醛-2,4-DNPH	152477-96-8	314

C.2.5 醛酮-2,4-二硝基苯腙标准工作溶液

分别移取适量醛酮-2,4-二硝基苯腙标准试剂(C.2.4)于 5 mL 棕色容量瓶中,以乙腈(C.2.3)稀释至刻度,然后逐级稀释至适当的浓度,如 3 μg/mL、0.6 μg/mL、0.1 μg/mL、0.02 μg/mL 和 0.005 μg/mL,分装于 2 mL 样品瓶中,具塞待用。

C.3 仪器和设备

- C.3.1 高效液相色谱仪:配有紫外检测器或二极管阵列检测器。
- C.3.2 微量进样器:10 μL、50 μL。
- C.3.3 移液管:5 mL、10 mL。
- C.3.4 注射器:5 mL。
- C.3.5 具塞样品瓶:2 mL、4 mL。
- C.3.6 棕色容量瓶:5 mL。
- C.3.7 恒流气体采样器:流量范围为 0 mL/min~500 mL/min,精度±5%。

C.4 分析步骤



C.4.1 醛酮类化合物的采样

将恒流气体采样器(C.3.7)与 2,4-DNPH 吸附管(C.2.2)连接,采样管另一端与释放舱采样口连

接,采集释放舱出口混合空气中的醛酮类化合物。

吸附管安装位置应符合 A.1 的规定,吸附管与采集器连接管线尽可能短,注意控制环境温度避免结露。若进入采样器的气体温度偏离释放舱温度范围,应将采样体积校正为释放条件状态体积。

通常采样流量为 200 mL/min~300 mL/min,采样量为 10 L 左右。首次采样时应串联一支 2,4-DNPH 吸附管以确认是否被穿透。

C.4.2 醛酮-DNPH 衍生物的洗脱

用 5 mL 注射器吸取 4 mL~5 mL 的乙腈(C.2.3),注入采样后的 2,4-DNPH 吸附管(C.4.1)中,将醛酮-DNPH 衍生物与未反应的 DNPH 洗脱至 5 mL 的棕色容量瓶中,用乙腈(C.2.3)稀释至刻度,混匀,装于 2 mL 样品瓶中,具塞待测。洗脱时,乙腈流向应与采样时的气流方向相同,以防采样管中颗粒物随洗脱液流出。

注：通常一支干燥的吸附管其乙腈保留体积不超过 1 mL。

C.4.3 分析测试条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出分析条件的普遍参数。采用下列操作条件已被证明对测试是合适的:

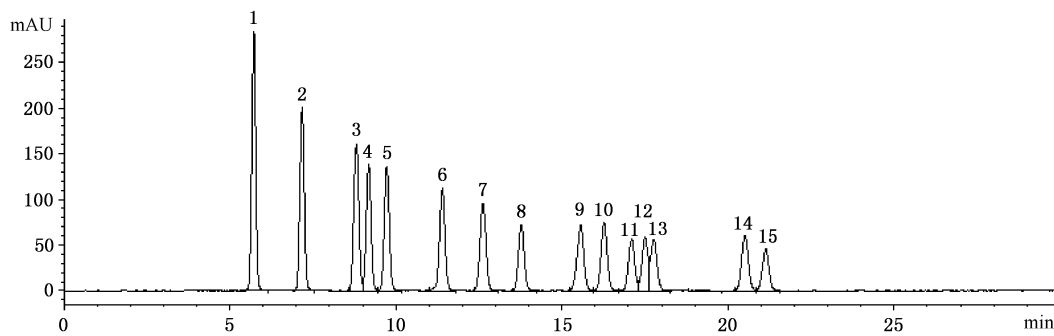
- a) 色谱柱:ODS-C₁₈, 4.6 mm × 250 mm, 粒度 5 μm, 或相当者;
- b) 流速:1.0 mL/min;
- c) 柱温:35 ℃;
- d) 检测波长:360 nm;
- e) 进样量:25 μL;
- f) 流动相:乙腈(A)和水(B);
- g) 洗脱:恒流洗脱或程序洗脱,见表 C.2。

表 C.2 HPLC 梯度洗脱程序

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0	60	40
20	75	25
30	60	40

C.4.4 分析测试

按上述条件设置高效液相色谱工作参数,确认系统无干扰后,依次放入标准工作溶液、醛酮-DNPH 衍生物的洗脱液(C.4.2)进行测试。根据保留时间定性,峰面积或峰高定量。15 种典型醛酮-DNPH 衍生物色谱流出图见图 C.2。



- 标引序号说明：
- | | | |
|------------------|------------------|--------------------------|
| 1——甲醛-2,4-DNPH； | 6——丁烯醛-2,4-DNPH； | 11——邻甲苯甲醛-2,4-DNPH； |
| 2——乙醛-2,4-DNPH； | 7——丁醛-2,4-DNPH； | 12——间甲苯甲醛-2,4-DNPH； |
| 3——丙烯醛-2,4-DNPH； | 8——苯甲醛-2,4-DNPH； | 13——对甲苯甲醛-2,4-DNPH； |
| 4——丙酮-2,4-DNPH； | 9——异戊醛-2,4-DNPH； | 14——己醛-2,4-DNPH； |
| 5——丙醛-2,4-DNPH； | 10——戊醛-2,4-DNPH； | 15——2,5-二甲基苯甲醛-2,4-DNPH。 |

图 C.2 典型醛酮-DNPH 衍生物色谱流出图

C.5 结果的计算

C.5.1 线性校准方程

根据标准工作溶液(C.2.5)中醛酮类化合物单体 j 的质量及相应 DNPH 衍生物色谱峰面积,通过最小二乘法拟合得到线性校准方程式(C.1),其线性相关系数 γ^2 应大于 0.999。

$$A_{hj} = K_{hj} \times m_{hj} + b_{hj} \dots\dots\dots (C.1)$$

- 式中：
- A_{hj} ——标准工作溶液中醛酮类化合物中单体 j 的 DNPH 衍生物峰面积；
 - K_{hj} ——醛酮类化合物中单体 j 线性校准方程的斜率；
 - m_{hj} ——标准工作溶液中醛酮类化合物中单体 j 的相当质量,单位为微克(μg)；
 - b_{hj} ——醛酮类化合物中单体 j 线性校准方程在 Y 轴上的截距。

C.5.2 醛酮类化合物量的计算

C.5.2.1 醛酮类化合物单体的计算

试验时间为 t 时,样品吸附管中醛酮-DNPH 衍生化合物被洗脱后,其甲醛、乙醛、丙酮、丙醛等目标单体相当量按式(C.2)计算。

$$M_{hj,t} = (A'_{hj,t} - b_{hj}) / K_{hj} \dots\dots\dots (C.2)$$

- 式中：
- $M_{hj,t}$ ——试验时间为 t 时,样品吸附管中甲醛、乙醛、丙酮、丙醛等目标单体 j 的相当量,单位为微克(μg)；
 - $A'_{hj,t}$ ——试验时间为 t 时,样品吸附管中甲醛、乙醛、丙酮、丙醛等目标单体 j 衍生物的色谱峰面积；
 - b_{hj} ——单体 j 线性校准方程在 Y 轴上的截距；
 - K_{hj} ——单体 j 线性校准方程的斜率。

C.5.2.2 总醛酮化合物量的计算

试验时间为 t 时,样品吸附管中醛酮-DNPH 衍生化合物被洗脱后,总醛酮化合物相当量按式(C.3)

计算。

$$M_{h,t} = \sum M_{hj,t} \quad \dots\dots\dots (C.3)$$

式中：

$M_{h,t}$ —— 试验时间为 t 时，样品吸附管中总醛酮类化合物的相当量，单位为微克(μg)；

$M_{hj,t}$ —— 试验时间为 t 时，样品吸附管中甲醛、乙醛、丙酮、丙醛等目标单体 j 的相当量，单位为微克(μg)。

C.5.3 醛酮类化合物释放浓度的计算

C.5.3.1 醛酮类化合物单体释放浓度的计算

甲醛、乙醛、丙酮、丙醛等目标单体 j 释放浓度按式(C.4)计算。

$$C_{hj,t} = \frac{M_{hj,t}}{V_{h,t}} \quad \dots\dots\dots (C.4)$$

式中：

$C_{hj,t}$ —— 试验时间为 t 时，甲醛、乙醛、丙酮、丙醛等目标单体 j 释放浓度，单位为毫克每立方米(mg/m^3)；

$M_{hj,t}$ —— 试验时间为 t 时，样品吸附管中甲醛、乙醛、丙酮、丙醛等目标单体 j 的相当量，单位为微克(μg)；

$V_{h,t}$ —— 试验时间为 t 时的采样体积，单位为升(L)。

C.5.3.2 总醛酮化合物释放浓度的计算

总醛酮化合物释放浓度按式(C.5)计算。

$$C_{h,t} = \frac{M_{h,t}}{V_{h,t}} \quad \dots\dots\dots (C.5)$$

式中：

$C_{h,t}$ —— 试验时间为 t 时，总醛酮化合物的释放浓度，单位为毫克每立方米(mg/m^3)；

$M_{h,t}$ —— 试验时间为 t 时，样品吸附管中总醛酮化合物的相当量，单位为微克(μg)；

$V_{h,t}$ —— 试验时间为 t 时的采样体积，单位为升(L)。

附 录 D
(规范性)

常用人造板及其制品的试验条件

D.1 常用人造板及其制品的试验条件见表 D.1。

表 D.1 人造板及其制品的试验条件

产品类型		人造板、饰面人造板、层积材、集成材等	木质地板等铺地物,墙板、木门、踢脚线等	楼梯扶手等	办公椅、抽屉、床头柜、镜框、工艺品等
试验条件	温度/℃	23±1			
	相对湿度/%	50±3			
	空气交换率/(次/h)	1.0±0.05			
	面积承载率/(m ² /m ³)	1.0±0.05	0.4±0.02	—	—
	单元承载率/(单元/m ³)	—	—	—	取面积承载率≥0.4 m ² /m ³ 的最小整数单元(件或套)
	长度承载率/(m/m ³)	—	—	取面积承载率≥0.4 m ² /m ³ 的最小整数数值	—
承载率中暴露面积的计算		按实际暴露面积计算		按暴露面积估算 ^a	
试验周期		24 h、72 h、168 h、336 h、672 h 或根据产品规定的试验周期			
^a 产品外部的暴露面积,如床头柜的抽屉或门呈关闭时的外部暴露面积。					

D.2 常用层状、刨花状和纤维状材料的试验条件见表 D.2。

表 D.2 层状、刨花状和纤维状材料的试验条件

产品类型		人造装饰薄木 ^a	层状装饰材料(如装饰纸等)	刨花、树皮、木质纤维 ^a
试验条件	温度/℃	23±1		
	相对湿度/%	50±3		
	空气交换率/(次/h)	1.0±0.05		
	面积承载率/(m ² /m ³)	1.0±0.05		—
	质量承载率/(kg/m ³)	—	—	1.0±0.05
承载率中暴露面积的计算		按单面暴露面积计算		—
试验周期		24 h、72 h、168 h、336 h、672 h 或根据产品规定的试验周期		
^a 当试验结束时,应按 GB/T 36055 测定其含水率。				