



中华人民共和国国家标准

GB XXXXX—XXXX
代替 GB 18585-2001

室内装饰装修材料 壁纸中有害物质限量

Indoor decorating and refurbishing materials—Limit of harmful substances of
wallpapers

(报批稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2020给出的规则起草。

本标准代替 GB 18585—2001《室内装饰装修材料 壁纸中有害物质限量》。本标准与 GB 18585-2001 相比，主要变化如下：

- 修改了适用范围（见第 1 章，2001 年版的第 1 章）；
- 调整了术语和定义（见第 2 章，2001 年版的第 2 章）；
- 调整了氯乙烯单体、钡的限量值，用甲醛释放量代替甲醛指标，增加了总挥发性有机化合物指标（见第 4 章，2001 年版的第 4 章）；
- 调整了重金属(或其他)元素含量的测定方法（见附录 A，2001 年版的 6.1）；
- 修改了重金属(或其他)元素含量的测定的仲裁方法，由第 1 法改为第 2 法（见 A.5.2，2001 年版的第 6.1.4.2）；
- 删除了原标准中甲醛的测试方法“吸收瓶法”（2001 年版的 6.3）；
- 增加了气候箱法测定甲醛释放量、总挥发性有机化合物（TVOC）的试验方法（见附录 B）；
- 修改了检验规则（见第 6 章，2001 年版的第 7 章）。

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这些专利的责任。

本标准由工业和信息化部提出并归口。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 18585—2001。

室内装饰装修材料 壁纸中有害物质限量

1 范围

本标准规定了壁纸中的重金属(或其他)元素、氯乙烯单体、甲醛释放量及总挥发性有机化合物(TVOC)的限量、试验方法、检验规则和包装标志。

本标准适用于各类基材的壁纸。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 4615 聚氯乙烯 残留氯乙烯单体含量的测定 气相色谱法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 10342 纸张的包装和标志

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

气候箱箱容积 Volume of test chamber

气候箱空载时,箱内参与空气交换的总容积(m^3)。

3.2

承载率 Loading factor

试样总表面积(m^2)与气候箱容积(m^3)的比率。

3.3

空气交换率 Air exchange rate

单位时间(h)内进入气候箱的清洁空气量(m^3)与气候箱容积(m^3)的比率。

3.4

甲醛释放量 Formaldehyde emission

在标准规定的测试条件下,试样向空气中释放达稳定状态时所释放的甲醛量。

3.5

总挥发性有机化合物(TVOC) Total volatile organic compounds

利用 Tenax TA 采样管采样，以非极性色谱柱（极性指数小于 10）进行分析时，保留时间出现在正己烷和正十六烷之间的挥发性有机化合物。

4 要求

壁纸中有害物质的限量值应符合表1的规定。

表 1 壁纸中有害物质的限量值

指标名称		单位	限量值
重金属（或其他）元素	钡（Ba）	mg/kg	≤500
	镉（Cd）		≤25
	铬（Cr）		≤60
	铅（Pb）		≤90
	砷（As）		≤8
	汞（Hg）		≤20
	硒（Se）		≤165
	锑（Sb）		≤20
氯乙烯单体	mg/kg	≤0.2	
甲醛释放量	mg/m ³	≤0.10	
总挥发性有机化合物（TVOC）	mg/m ³	≤0.60	

5 试验方法

5.1 重金属（或其他）元素含量按附录 A 进行测定。

5.2 氯乙烯单体含量按 GB/T 4615 测定。试样采取：在距壁纸端部 1m 以外每隔 1m 切取 1m 长、全幅宽的样品若干张。在样品上均匀切取长（50±1）mm、宽（30±1）mm 的长方形试样，试样的宽度方向应与壁纸的纵向一致。从所有样品上切取至少 150 个长方形试样。通过目测法选取 20 个涂层最多或者颜色最深的长方形试样，切成约 5mm×5mm 的小试样用于试验。

5.3 甲醛释放量按附录 B 测定，试样放置气候箱处理（24±0.5）h，进行空气采样。

5.4 总挥发性有机化合物（TVOC）按附录 B 测定，试样放置气候箱处理最长（28±2）天，进行空气采样。

6 检验规则

6.1 以同一品种、同一配方、同一工艺的壁纸为一批，每批应不多于 5000m²。

6.2 以批为单位进行随机抽样，每批至少抽取 2 卷（以每卷长度不少于 10m 计）壁纸，并保持原有的密封包装，放于避光处待检。

6.3 样品测试顺序为先测试甲醛释放量、总挥发性有机化合物（TVOC）、氯乙烯单体，再测试重金属（或其他）元素。

6.4 若所有检验结果均符合本标准的规定，则判定该批产品有害物质限量合格。若有一项检验结果不符合本标准的规定，则判定该样品有害物质限量不合格。

7 包装标志

壁纸应用非聚氯乙烯塑料薄膜进行包装，其包装标志应符合GB/T 10342中的规定。

A

BA

附 录 A
(规范性附录)
重金属 (或其他) 元素含量的测定

A.1 原理

在规定的条件下,将试样中的可溶性重金属(或其他)元素萃取出来,测定萃取液中重金属(或其他)元素的含量。

A.2 试剂

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯。

A.2.1 水,GB/T 6682,一级水(第二法使用)、二级水(第一法使用)。

A.2.2 盐酸(HCl),浓度为36%~38%。

A.2.3 盐酸(HCl)溶液,0.070 mol/L±0.005 mol/L。量取盐酸(A.2.2)约5.83mL,加水稀释至1000mL。

A.2.4 盐酸(HCl)溶液,2.0 mol/L±0.1mol/L。量取盐酸(A.2.2)约167mL,加水稀释至1000mL。

A.3 仪器

A.3.1 pH计,准确至0.2个pH单位。

A.3.2 天平,感量为0.0001g。

A.3.3 恒温水浴振荡器,振荡频率为(150±5) r/min,能保持温度在(37±2)℃。

A.3.4 微孔滤膜,0.45μm。

A.3.5 具塞锥形瓶,100mL。

A.3.6 容量瓶,100mL。

A.3.7 原子吸收分光光度计。

A.3.8 原子荧光光度计。

A.3.9 电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)。

A.3.10 电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)。

A.4 试样的采取和制备

在距壁纸端部1m以外每隔1m切取1m长、全幅宽的样品若干张。在样品上均匀切取长(50±1)mm、宽(30±1)mm的长方形试样,试样的宽度方向应与壁纸的纵向一致。从所有样品上切取至少150个长方形试样。通过目测法选取20个涂层最多或者颜色最深的长方形试样,剪成约5mm×5mm的小试样用于试验。

A.5 测定步骤

A.5.1 萃取

称取1g（准确至0.0001g）试样（A.4）放入100mL的具塞锥形瓶（A.3.5）中，然后准确加入50mL的0.070mol/L盐酸溶液（A.2.3），摇荡1min，用pH计（A.3.1）测定溶液的pH。如果pH>1.5，则边摇荡边逐滴加入2.0mol/L盐酸溶液（A.2.4），直至pH调整到1.0~1.5之间。将锥形瓶放在恒温水浴振荡器（A.3.3）中，以150r/min振荡频率振荡60min后，停止振荡，在恒温水浴振荡器中静置60min后，立即用微孔滤膜（A.3.4）过滤，并用水洗涤锥形瓶和过滤器三次，收集滤液于100mL容量瓶（A.3.6）中，用水定容至刻度后待测。

A.5.2 测定

可采用下列两种方法进行测定，仲裁时按第二法测定：

第一法：元素钡、镉、铬、铅采用原子吸收分光光度计（A.3.7）测试，元素砷、汞、硒、锑采用原子荧光光度计（A.3.8）测试。

第二法：采用电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)(A.3.10)或电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)(A.3.9)测试。

A.5.3 空白试验

按A.5.1、A.5.2步骤，不加试样进行空白试验。

A.6 结果计算

A.6.1 按公式（A.1）计算试样中重金属（或其他）元素的含量 R ，以mg/kg表示。

$$R = \frac{(c - c_0) \cdot f}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

c ——试样滤液中重金属（或其他）元素的含量，单位为毫克每升（mg/L）；

c_0 ——空白溶液中重金属（或其他）元素的含量，单位为毫克每升（mg/L）；

f ——稀释倍数；

m ——试样的质量，单位为克（g）；

100——滤液的体积，单位为毫升（mL）。

A.6.2 按公式（A.2）修正后作为测试结果 R_1 ，以mg/kg表示。

$$R_1 = R (1 - T) \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

R ——试样中重金属（或其他）元素的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

T ——修正因子，见表A.1。

表 A.1 修正因子

元素	钡 (Ba)	镉 (Cd)	铬 (Cr)	铅 (Pb)	砷 (As)	汞 (Hg)	硒 (Se)	锑 (Sb)
修正因子 (T)	0.3	0.3	0.3	0.3	0.6	0.5	0.6	0.6

示例：测得试样中铅的含量： $R=120$ mg/kg，相应的修正因子 T 是0.3，修正后的分析结果： $R_1=120 \times (1-0.3)=84$ mg/kg。

取两次平行测试结果的平均值作为结果，计算结果修约至整数位。如果结果小于1mg/kg，试验结果报告“<1 mg/kg”。

C

附录 B
(规范性附录)

甲醛释放量、总挥发性有机化合物 (TVOC) 的测定 气候箱法

B.1 原理

将试样按照规定的承载率放入模拟使用环境的气候箱内，甲醛释放量和总挥发性有机化合物 (TVOC) 从试样中释放出来，与气候箱内空气混合。用填充柱采样管采集箱内空气，测试采样管内甲醛和挥发性有机化合物含量，计算得出试样的甲醛释放量和总挥发性有机化合物 (TVOC) 的含量。

B.2 甲醛释放量的测定

B.2.1 试剂和材料

B.2.1.1 DNPB采样管

已填充了涂渍 DNPB 硅胶的采样管。每批采样管的空白验证应满足以下要求：

- a) 甲醛含量小于 $0.15\mu\text{g}$ ；
- b) 其他物质含量小于 $0.10\mu\text{g}$ 。

B.2.1.2 高纯乙腈 (HPLC专用流动相)

UV 级纯，甲醛的浓度应小于 1.5ng/mL 。

B.2.1.3 标准样品 (标准物质)

B.2.1.3.1 用标准气体或液体配制成所需浓度的标准气体，用恒流气体采样器将其定量采集于 DNPB 采样管 (B.2.1.1) 中，制备成标准系列。所配制标准系列的分析物浓度与分析样品浓度相似。在采集过程中，应以与采样相同的流速采集标准气体。

B.2.1.3.2 可直接购买甲醛的 2,4-二硝基苯胺液体标准样品 (标准物质)，亦可使用固体标准样品 (标准物质) 自行配制标准系列。

B.2.1.3.3 可直接购买国家主管部门批准的附有证书的甲醛衍生物标准物质的标准管。标准管应提供以下信息：

- a) 装填标准物之前空白管的色谱图和相关的分析条件和日期；
- b) 装填标准物的日期；
- c) 标准化合物的含量和不确定度；
- d) 标准物的实例分析 (与空白管的分析条件相同)；
- e) 标准制备方法的简要描述；
- f) 有效期限。

B.2.1.4 微孔滤膜

$0.45\mu\text{m}$ 有机微孔滤膜。

B.2.2 仪器设备

B.2.2.1 气候箱

B.2.2.1.1 气候箱容积

本标准所用气候箱容积为 $0.06\text{m}^3\sim 10\text{m}^3$ 。

B. 2. 2. 1. 2 气候箱材料

气候箱内壁、管道及与试验有关的各种装置应采用具有低散发、低吸收性的材料制造，对挥发性有机化合物的惰性尽可能大。箱内壁应表面光滑，试验前可以用水洗方式进行有效清洁。

B. 2. 2. 1. 3 气候箱的气密性

为避免周围空气侵入箱体内，导致空气交换失控，所有结合部位，除了放进及取出试样的门的接缝，其他的接缝应密封（门具有自密性）。气候箱应在轻微过压条件下运行。至少满足下列条件之一，可认为气候箱具备了足够的气密性：

- 在过压为 1000Pa 时，空气泄露量小于 $10^{-2}\times$ 气候箱容积/min；
- 空气进、出口的气流差小于2%；
- 进给空气的泄露量小于2%。

B. 2. 2. 1. 4 空气循环装置

气候箱内应安装满足下列要求的设施（例如风扇）：

- 加强试验舱内空气混合；
- 试样表面附近的空气流速应在 $0.1\text{m/s}\sim 0.3\text{m/s}$ 之间。至少在一个位置测量气候箱内的空气流速，这一点通常为试样的中心以上在距离试样的外露表面 10mm 的位置。

注：热金属丝或热膜风速表，经校准范围为 $0\sim 0.5\text{m/s}$ 时，适用于空气速率测定。

B. 2. 2. 1. 5 空气交换装置

气候箱内应安装能够连续调节和控制空气置换率的装置（例如电子流量控制器），保证空气置换率满足测试时的要求。应每隔12个月检查一次空气交换率。

B. 2. 2. 1. 6 清洁空气供给装置

清洁空气的供给装置，应提供满足下列条件的清洁空气：进入气候箱的空气中的甲醛浓度在 $6\mu\text{g}/\text{m}^3$ 以下；TVOC的背景浓度应低于 $20\mu\text{g}/\text{m}^3$ ，任何单一目标挥发性有机化合物（VOC）的背景浓度应低于 $2\mu\text{g}/\text{m}^3$ 。用于加湿的水不得含有干扰的挥发性有机化合物。

B. 2. 2. 1. 7 温度及相对湿度控制装置

应保持气候箱内温度的控制和相对湿度的控制满足以下要求：

- a) 温度的控制：将气候箱放置在温度恒定的环境中，然后观察气候箱内的温度变化；或者使气候箱的温度维持在某一数值，观察温度变化。采用内部系统控制时，则气候箱的内壁上应避免出现凝结水。
- b) 相对湿度的控制：通过气候箱外部的各种清洁空气供应的湿度系统控制；或者通过气候箱内部的空气湿度系统控制。采用内部系统控制时，应采取预防措施以避免气候箱内发生水汽冷凝或水雾现象。应连续或频繁地监测空气控制系统的温度和相对湿度，传感器应放在气候箱内有代表性的位置。

B. 2. 2. 2 高效液相色谱仪HPLC

具有紫外或二极管阵列检测器。

B. 2. 2. 3 样品采集系统

B. 2. 2. 3. 1 样品采集系统一般由恒流气体采样器、采样导管、DNPH采样管等组成。

B.2.2.3.2 恒流气体采样器的流量在 50mL/min~1000mL/min 范围内可调, 流量稳定。当用采样管调节气体流速并使用一级流量计(如一级皂膜流量计)校准流量时, 流量应满足前后两次误差小于 5% 的要求。

B.2.2.3.3 采样导管应使用经处理的不锈钢管、聚四氟乙烯管或硅橡胶管。进气口固定在气候箱的采样点位置, 出气口与采样管连接, 采样管末端与恒流气体采样器连接。

B.2.2.3.4 应保证整个样品采集系统的气密性, 不得漏气。

B.2.2.3.5 采样管应符合 B.2.1.1 要求。

B.2.2.4 微量进样器

10 μ L、50 μ L、100 μ L。

B.2.2.5 容量瓶

容量为 5mL。

B.2.2.6 其他

固相萃取装置及其附件, 超声波清洗器。

B.2.3 试样的采取、制备和预处理

打开外包装, 在壁纸上距端部 1m 以外的部位切取所需面积的试样(根据承载率计算), 可根据样品幅宽分成两块或多块试样, 裁好后(不封边)将试样对折(正面朝外)。

注: 打开包装和测试准备之间的时间尽可能短。样品开封后立即测试, 或者在测试条件下储存, 储存时间需要计入测试时间。

B.2.4 分析步骤

B.2.4.1 气候箱的准备

测试前气候箱应清洁干净, 以满足 B.2.2.1 要求。清洗程序为: 用碱性清洁剂清洗气候箱内表面, 然后用棉布蘸蒸馏水擦拭气候箱, 洗净后烘干。或者使用热脱附方式进行气候箱清洁。

B.2.4.2 气候箱的试验条件

试验全过程中, 气候箱内保持下列条件:

- a) 温度: (23 \pm 1) $^{\circ}$ C;
- b) 相对湿度: (50 \pm 2)%;
- c) 承载率: (1.50 \pm 0.02)m²/m³;
- d) 空气交换率: (1.00 \pm 0.05)次/h;
- e) 试样表面空气流速: (0.1~0.3)m/s。

B.2.4.3 背景浓度的测定

在每次进行新的测试之前, 都要对气候箱内的空气进行采样分析, 以保证气候箱内的背景浓度符合要求。背景浓度的测试应在试验条件建立 1h 内进行。

B.2.4.4 试样处理

将已裁好的试样在气候箱的中心垂直放置（需用不含甲醛的材料进行固定），试样表面与空气流动方向平行。

B. 2. 4. 5 采样时间

在试样处理开始后的（ 24 ± 0.5 ）h进行空气采样，也可以根据要求在其他指定时间采样。

B. 2. 4. 6 空气采样

到达采样时间后，连接样品采集系统（B.2.2.3）的采样管（B.2.1.1），开启抽样泵进行气体采集，采样流速应低于箱内气体流速的80%并应避免采样管穿透，适宜流速范围为100mL/min~200mL/min。记录采样流速、开始采样时间和结束时间、箱内温度、气体压力。采样30min时，关闭抽样泵，取下采样管并密封管口。采样时，两个采样管同步进行样品采集，以进行平行试验。

B. 2. 4. 7 采样管洗脱

B. 2. 4. 7. 1 将采样管放于固相萃取装置（B.2.2.6）上进行样品洗脱，洗脱液的流向应与采样时气流方向相反。

B. 2. 4. 7. 2 准确加入5mL高纯乙腈（B.2.1.2）反向洗脱采样管，将洗脱液收集于5mL容量瓶（B.2.2.5）中。用微孔滤膜（B.2.1.4）过滤洗脱液后，在超声波清洗器（B.2.2.6）中超声处理3min~5min。

B. 2. 4. 7. 3 用高纯乙腈定容至容量瓶刻度。将样品二等分倒入样品瓶中，贴上标签放于冰箱中冷藏保存。

B. 2. 4. 8 分析

B. 2. 4. 8. 1 液相色谱分析条件

- a) 色谱柱：C18 反相高效液相色谱柱或等效色谱柱；
- b) 流动相：乙腈/水；
- c) 洗脱：均相等梯度，60%乙腈/40%水；
- d) 检测器：紫外检测器 360nm，或二极管阵列；
- e) 流速：1.0 mL/min；
- f) 进样量：25 μ L。

B. 2. 4. 8. 2 校准曲线的绘制

B. 2. 4. 8. 2. 1 标准溶液采集

将系列标准管（自制或购买）放置于固相萃取装置上。加入 5mL 乙腈反向洗脱标准管，洗脱液的流向应与装载时气流方向相反。将洗脱液收集于 5mL 容量瓶中。用 0.45 μ m 有机滤膜对洗脱液进行过滤，用超声波清洗器处理 3min~5min。用乙腈定容至刻度。将标准洗脱液置于样品瓶中，采用高效液相色谱分析。

B. 2. 4. 8. 2. 2 标准溶液分析

将标准溶液稀释至适当浓度梯度（至少 5 个浓度梯度）后进样分析。以目标组分的浓度为横坐标，以扣除空白响应后的峰面积（或峰高）的平均值为纵坐标，绘制校准曲线。校准曲线的斜率即是响应因子 RF，线性相关系数至少应达到 0.995。

B. 2. 4. 8. 3 样品分析

将样品按 B.2.4.8.2.2 进行分析，平行试验的相对偏差应小于 20%。

B.2.4.8.4 空白试验

按相同方法做试样的空白平行试验。

B.2.5 结果计算

B.2.5.1 测试条件下甲醛释放量的计算

按公式 (B.1) 计算测试条件下甲醛释放量:

$$c_m = \frac{m_f - m_b}{V} \times 1000 \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

c_m ——测试条件下试样中的甲醛释放量, 单位为毫克每立方米 (mg/m^3);

m_f ——试样采样管中甲醛的质量, 单位为毫克 (mg);

m_b ——空白采样管中甲醛的质量, 单位为毫克 (mg);

V ——采样体积, 单位为升 (L)。

B.2.5.2 标准状态下甲醛释放量的计算

按公式 (B.2) 计算标准状态下甲醛释放量:

$$c_c = c_m \cdot \frac{p_0}{p} \cdot \frac{T}{T_0} \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

c_c ——标准状态下试样中的甲醛释放量, 单位为毫克每立方米 (mg/m^3);

p_0 ——标准状态下的大气压力 (为 101.3kPa), 单位为千帕 (kPa);

p ——采样时的大气压力, 单位为千帕 (kPa);

T_0 ——标准状态下的温度 (为 273K), 单位为开尔文 (K);

T ——采样现场的温度 ($^{\circ}\text{C}$) 与标准状态的绝对温度 (273K) 之和, 单位为开尔文 (K)。

取两次平行测试值的平均值作为测试结果, 结果修约至小数点后第二位。如果结果小于 $0.01\text{mg}/\text{m}^3$, 试验结果报告 “ $<0.01\text{mg}/\text{m}^3$ ”。

B.3 总挥发性有机化合物 (TVOC) 的测定

B.3.1 试剂和材料

B.3.1.1 采样管

B.3.1.1.1 采用内壁抛光的不锈钢管或玻璃管, 管的大小与热脱附仪相匹配。采样管的采样入口一端应有标记, 采样管预先装填有 $200\text{mg}\sim 1000\text{mg}$ 的 Tenax TA 吸附剂。

B.3.1.1.2 采样管的处理: 每次取样之前, 在 300°C 、载气流速 $50\text{mL}/\text{min}\sim 100\text{mL}/\text{min}$ 的条件下处理采样管 10min , 以除去采样管中可能存有的痕量有机物。处理后需用常规分析方法对一定数量的采样管进行分析, 确保相对小的热解吸空白。处理后的峰面积不大于待测化合物的典型峰面积的 10% 即可。不满足此条件, 需再次对采样管进行处理, 重复处理仍不能满足要求的采样管, 则重新装填。

B.3.1.1.2 处理后取样前采样管的储存：应使用密封帽将采样管管口封闭，并用锡纸或铝箔将管包严，储存于室温下密封容器内，并于4周内使用，超过4周末用需重新处理。

B.3.1.2 气相色谱校准用挥发性有机化合物

B.3.1.2.1 标准气体：通过确定的方法准备待测已知浓度化合物的标准气体，建议标准气体中各组分化合物的浓度约为 $100\mu\text{g}/\text{m}^3$ 。

B.3.1.2.2 液体标准物质：各待测溶剂为色谱纯，不受与待测化合物共同流出的化合物的影响。

B.3.1.2.3 校准混合溶液：采用液体标准物质配制，也可以购买国家主管部门批准的附有证书的混合液体标准。

B.3.2 仪器

B.3.2.1 气候箱

同B.2.2.1。

B.3.2.2 气相色谱仪

配备氢火焰离子化检测器或质谱检测器， 1ng 甲苯的信噪比应不低于5:1。配用色谱柱为非极性（极性指数小于10）石英毛细管柱，例如：二甲基硅氧烷毛细管柱，长 $30\text{m}\sim 60\text{m}$ ，内径 $0.25\text{mm}\sim 0.32\text{mm}$ ，管壁膜厚 $0.25\mu\text{m}\sim 0.33\mu\text{m}$ 。

B.3.2.3 样品采集系统

同B.2.2.3，用B.3.1.1规定的采样管代替DNPH采样管。

B.3.2.4 热解吸仪

能对采样管进行二级热解吸，并将解吸气用惰性气体载带进入气相色谱仪。解吸温度、时间和载气流速应可调。冷阱可将解吸样品进行浓缩。

B.3.2.5 注射器

$10\mu\text{L}$ 、 $100\mu\text{L}$ 、 1mL 。

B.3.2.6 液体标准系列制备装置

常规气相色谱进样口，可以在线使用也可以独立装配，保留进样口载气连线，进样口下端可与采样管相连。

B.3.3 试样的采取、制备和预处理。

同B.2.3。

B.3.4 分析步骤

B.3.4.1 气候箱的准备

同B.2.4.1。

B.3.4.2 气候箱的试验条件

同B.2.4.2。

B.3.4.3 背景浓度的测定

同B.2.4.3。

B.3.4.4 试样处理

同B.2.4.4。

B.3.4.5 采样时间

依次在将试样放入气候箱后的第(14±1)天(336h±24h)、第(28±2)天(672h±48h)进行空气采样,也可以根据要求在其他指定时间采样。

注1:如果试样处理(14±1)天的测定值能够满足有关限定要求,可终止试验,以该测定值作为试验结果。

注2:挥发性有机化合物(VOC)的背景浓度需得到控制,以避免污染试验样品。为使试样的污染达到最小,可以使用通风良好的架子或贮存柜。

B.3.4.6 空气采样

同B.2.4.6,选用B.3.1.1规定的采样管。

B.3.4.7 分析

B.3.4.7.1 样品的解吸和浓缩

将采样管安装在热解吸仪上,气流方向与采样时方向相反。加热使挥发性组分从吸附剂上解吸,由载气带入冷阱,进行预浓缩;然后,二次热解吸,经传输线进入毛细管气相色谱仪。传输线温度接近解吸温度,防止待测组分凝结。选择合适的解吸时间和气体流速,以保证正十六烷的解吸效率大于95%。典型的解吸条件如下:

- a) 解吸温度: 260℃~280℃
- b) 解吸时间: 5 min ~15min
- c) 气体流速: 30mL/min~50mL/min
- d) 冷阱最高温度: 280℃
- e) 冷阱最低温度: -30℃
- f) 冷阱中的吸附剂: Tenax TA, 40mg~100mg
- g) 传输线温度: 220℃
- h) 分流比: 样品管和二级冷阱之间以及二级冷阱和色谱柱之间的分流比按气体浓度来选择。

B.3.4.7.2 气相色谱分析参考条件

分析沸点和极性差异大的混合物需设置柱温程序,以在最短时间内获得最好分离效果。如采用长50m,内径0.25mm,管壁0.32μm的二甲基硅氧烷毛细管柱,柱操作条件为程序升温,初始温度50℃保持10min,以5℃/min的速率升温至250℃,保持至所有目标组份流出。

B.3.4.7.3 标准曲线的绘制

B.3.4.7.3.1 气体外标法

用恒流气体采样器将100μg/m³标准气体分别抽取100mL、400mL、1L、4L、10L通过采样管(B.3.1.1),作为标准系列。

B.3.4.7.3.2 液体外标法

利用液体标准系列制备装置 (B.3.2.6) 分别取1μL~5μL含液体组分100μg/mL和10μg/mL的校准混合溶液 (B.3.1.2.3) 注入采样管, 同时用100mL/min的惰性气体通过采样管, 5min后取下采样管密封, 作为标准系列。

C.3.4.7.3.3 绘制标准曲线

用热解吸气相色谱法分析采样管标准系列, 以扣除空白后峰面积为纵坐标, 以待测物质量为横坐标, 绘制标准曲线。

B.3.4.7.4 样品分析

每支样品采样管按绘制标准曲线的操作步骤(即相同的解吸和浓缩条件及色谱分析条件)进行分析, 用保留时间定性(采用氢火焰离子化检测器时)或质谱定性(采用质谱检测器时), 用峰面积定量。

B.3.5 结果计算

B.3.5.1 测试条件下挥发性有机化合物(VOC)的质量体积浓度的计算

按公式 (B.3) 计算测试条件下挥发性有机化合物 (VOC) 的质量体积浓度:

$$c_m = \frac{m_f - m_b}{V} \times 1000 \dots\dots\dots (B.3)$$

式中:

c_m ——分析条件下试样中的挥发性有机化合物 (VOC) 浓度, 单位为毫克每立方米 (mg/m^3);

m_f ——试样采样管中挥发性有机化合物 (VOC) 的质量, 单位为毫克 (mg);

m_b ——空白采样管中挥发性有机化合物 (VOC) 的质量, 单位为毫克 (mg);

V ——采样体积, 单位为升 (L)。

B.3.5.2 标准状态下挥发性有机化合物(VOC)的质量体积浓度的计算

按公式 (B.4) 计算标准状态下挥发性有机化合物 (VOC) 的质量体积浓度:

$$c_c = c_m \cdot \frac{p_0}{p} \cdot \frac{T}{T_0} \dots\dots\dots (B.4)$$

式中:

c_c ——标准状态下试样中的挥发性有机化合物 (VOC) 的浓度, 单位为毫克每立方米 (mg/m^3);

p_0 ——标准状态下的大气压力 (为 101.3kPa), 单位为千帕 (kPa);

p ——采样时的大气压力, 单位为千帕 (kPa);

T_0 ——标准状态下的温度 (为 273K), 单位为开尔文 (K);

T ——采样现场的温度 (t , $^{\circ}\text{C}$) 与标准状态的绝对温度 (273K) 之和, 单位为开尔文 (K)。

取两次平行测试的标准状态下挥发性有机化合物 (VOC) 的质量体积浓度的平均值作为测试结果, 结果修约至小数点后第二位。如果结果小于 $0.01\text{mg}/\text{m}^3$, 试验结果报告“ $<0.01\text{mg}/\text{m}^3$ ”。

B.3.5.3 有机化合物浓度计算的要求

应对保留时间在正己烷和正十六烷之间的浓度水平大于 $5\mu\text{g}/\text{m}^3$ 的所有有机组分进行积分。根据单一的校正曲线, 分别计算苯、甲苯、乙苯、对二甲苯、间二甲苯、邻二甲苯、苯乙烯、乙酸正丁酯、正十一烷组分浓度。其余组分选用甲苯的响应系数来计算浓度。

B.3.5.4 总挥发性有机化合物（TVOC）含量

计算B.3.5.2得到的各有机化合物标准状态的质量体积浓度的总和，作为总挥发性有机化合物（TVOC）含量。取两次平行测试结果的平均值作为测试结果，结果修约至小数点后第二位。如果测试结果小于 $0.01\text{mg}/\text{m}^3$ ，试验结果报告“ $<0.01\text{mg}/\text{m}^3$ ”。
