



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4776—2017

鞋类 挥发性有机化合物释放量试验 小型释放舱法

Footwear—Determination of the emission of volatile organic compounds—
Small chamber method

2017-05-12 发布

2017-12-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国江苏出入境检验检疫局、中华人民共和国深圳出入境检验检疫局、中华人民共和国福建出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：卢志刚、高颖、张丹、李翔、王惠、余淑媛、童玉贵。

鞋类 挥发性有机化合物释放量试验 小型释放舱法

1 范围

本标准规定了鞋类中总挥发性有机化合物及乙醇、丙酮、异丙醇、二氯甲烷、丁酮、乙酸乙酯、1,1,1-三氯乙烷、三氯乙烯、庚烷、甲基异丁基酮、N,N-二甲基甲酰胺、甲苯、乙酸丁酯、环己酮释放量的小型释放舱试验方法。

本标准适用于鞋类中总挥发性有机化合物及乙醇、丙酮、异丙醇、二氯甲烷、丁酮、乙酸乙酯、1,1,1-三氯乙烷、三氯乙烯、庚烷、甲基异丁基酮、N,N-二甲基甲酰胺、甲苯、乙酸丁酯、环己酮释放量的测定。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

SN/T 3778—2014 纺织品 挥发性有机化合物释放量试验方法 小型释放舱法

3 术语和定义

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(次/h)。

[SN/T 3778—2014,定义 2.1]

3.2

换气量 ventilation rate

单位时间内进入释放舱的空气体积。

[SN/T 3778—2014,定义 2.2]

3.3

表面风速 air velocity

释放舱中试样表面的空气流动速度。

[SN/T 3778—2014,定义 2.3]

3.4

试验时间 test time

从试验开始到开始采样之间的时间间隔。

[SN/T 3778—2014,定义 2.4]

3.5

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

测试试样释放的,并由释放舱出口空气中检测到的所有有机化合物。

[SN/T 3778—2014, 定义 2.5]

3.6

目标挥发性有机化合物 target volatile organic compounds

乙醇、丙酮、异丙醇、二氯甲烷、丁酮、乙酸乙酯、1,1,1-三氯乙烷、三氯乙烯、庚烷、甲基异丁基酮、N,N-二甲基甲酰胺、甲苯、乙酸丁酯和环己酮等欲测试的挥发性有机化合物。

3.7

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

以 Air Toxic 吸附管捕集、热解吸后,非极性色谱柱(极性指数小于 10)分离、氢火焰离子化检测器(FID)或质量检测器(MS)检测,保留时间在乙醇至正十六烷(包括乙醇和正十六烷)之间的挥发性有机化合物总和。

注:改写 SN/T 3778—2014 定义 2.6。

3.8

小型释放舱 small chamber

用于测试鞋类产品释放的挥发性有机化合物,操作参数可调的设备,容积为 50 L~1 000 L。

注:改写 SN/T 3778—2014 定义 2.8。

3.9

背景浓度 background concentration

使用洁净空气为载气,空载时释放舱的出口挥发性有机化合物浓度。

[SN/T 3778—2014, 定义 2.9]

3.10

产品负载率 product loading factor

测试样品的尺寸与释放舱有效容积的比值。包括线性、单元和质量等负载率表征方式。

注:改写 SN/T 3778—2014 定义 2.10。

3.11

释放速率 emission factor; SER

试验开始后,单位样品、单位时间内测试试件释放的挥发性有机化合物的质量。包括线性、单元和质量等释放速率表征方式。

4 原理

将样品置于一定条件(温度、湿度和空气流速)的释放舱中,试样释放的挥发性有机化合物与进入释放舱的空气混合后并从舱出口排出,用吸附剂在释放舱出口处捕集一定体积量的气体中的挥发性有机化合物,经热脱附后,用 GC-FID 或 GC-MS 测定所捕集挥发性有机化合物的释放浓度,根据释放浓度、产品负载率、气体交换率计算释放速率。

注:测试流程参见附录 A。

5 试剂和标准物质

除非另有说明,所用试剂均为色谱纯,试验用水为 GB/T 6682 规定的三级水。

5.1 挥发性有机化合物标准品:甲苯、乙醇、异丙醇、丙酮、丁酮、甲基异丁基酮、环己酮、二氯甲烷、1,1,1-三氯乙烷、三氯乙烯、庚烷、N,N-二甲基甲酰胺、乙酸乙酯、乙酸丁酯、正十六烷等。

5.2 有机溶剂:甲醇。

5.3 混合标准储备液:1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。移取少量甲醇于 100 mL 棕色容量瓶中,减量法分别称取 0.1 g (精确至 0.2 mg)乙醇、丙酮、异丙醇、二氯甲烷、丁酮、乙酸乙酯、1,1,1-三氯乙烷、三氯乙烯、庚烷、甲基

异丁基酮、甲苯、乙酸丁酯、环己酮、正十六烷和 0.5 g(精确至 0.2 mg)N,N-二甲基甲酰胺于容量瓶中,用甲醇稀释至刻度。标准溶液储备液在 0℃~4℃ 的冰箱中密闭保存,有效期为 4 周。

5.4 混合标准工作溶液:移取适量上述混合标准储备液(5.3)于 100 mL 棕色容量瓶中,以甲醇稀释至刻度,使混合标准溶液中乙醇、丙酮、异丙醇、二氯甲烷、丁酮、乙酸乙酯、1,1,1-三氯乙烷、三氯乙烯、庚烷、甲基异丁基酮、甲苯、乙酸丁酯、环己酮浓度分别为 500 μg/mL、250 μg/mL、50 μg/mL、10 μg/mL 和 5 μg/mL,N,N-二甲基甲酰胺浓度分别为 4 000 μg/mL、2 000 μg/mL、400 μg/mL、80 μg/mL 和 40 μg/mL。分装于 2 mL 具塞样品瓶中待用。标准工作溶液在 0℃~4℃ 的冰箱中密闭保存,有效期为 2 周。

6 仪器与材料

6.1 小型释放舱系统:小型释放舱系统应符合附录 B 的规定。

6.2 恒流气体采样器:流量范围为 0 mL/min~500 mL/min,精度±5%。

6.3 气相色谱仪(GC-FID):配氢火焰离子化检测器(FID)的气相色谱仪。

6.4 气相色谱质谱仪(GC-MS):配质量检测器(MSD)的气相色谱仪。

6.5 热脱附装置:能与 6.3 仪器联用的热脱附装置。

6.6 热老化装置:能在惰性气体条件下(如氮气)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℃~350℃,控温精度±1℃。

6.7 电子气体流量计:最大流量 500 mL/min,精度±5%。

6.8 分析天平:感量为 0.000 2 g。

6.9 Air Toxic 吸附管:规格为 φ6×89 mm,内装 200 mg 粒径为 60 目~80 目 Carbopack B/Carbosieve™ S-Ⅲ 吸附剂或其相当者吸附剂的不锈钢或玻璃管。

注:Air Toxic 吸附剂是由供应商提供产品的商品名。给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可。如果等效产品具有相同的效果,则可以使用这些等效产品。

6.10 微量进样针:1 μL、5 μL、500 μL。

6.11 棕色容量瓶:10 mL、100 mL。

6.12 具塞样品瓶:2 mL。

6.13 载气:氦气,纯度大于 99.999%;氮气,纯度大于 99.99%。

7 试样

7.1 基本要求

样品应采用铝膜或其他无有机物释放的材料密封包装。如不能立即测试,应密封包装并置于(23±3)℃、(50±5)%RH 且无有机物污染的环境中保存,保存时间不超过 10 d。

样品包装拆除后为试验开始时间,应尽快制备测试样品送入释放舱进行试验。

7.2 鞋数量的确定

以整只鞋为试验样品,鞋的数量(n)取决于鞋的脚长(I_0)、释放舱有效容积(V_0)和线性负载率(L)。成人鞋(脚长规格 21 cm~39 cm)和儿童鞋(脚长规格 12.7 cm~24.8 cm)的线性负载率(L)应分别符合 0.8 m/m³~1.2 m/m³ 和 0.8 m/m³~1.6 m/m³ 范围的要求,线性负载率(L)按式(1)计算。不同规格释放舱样品装载数量参见附录 C。

$$L = \frac{nI_0}{V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

L ——线性负载率,单位为米每立方米(m/m^3)；

n ——鞋的数量,单位为只(只)；

I_0 ——鞋的脚长,单位为米每只($\text{m}/\text{只}$)；

V_0 ——释放舱有效容积,单位为立方米(m^3)。

8 试验准备

8.1 吸附管的净化

吸附管使用前采用惰性气体(如氮气)高温净化,最高净化温度不得高于 $320\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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。

8.2 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 $100\text{ mL}/\text{min}\sim 150\text{ mL}/\text{min}$,将净化好的吸附管(8.1)采样端用连接软管与热老化装置出气端相连,用 $1\text{ }\mu\text{L}$ 微量进样针分别吸取 $1\text{ }\mu\text{L}$ 的混合标准工作溶液(5.4)由软管微孔处缓慢注入各吸附管吸附剂表面,载气分别吹扫 $20\text{ min}\sim 30\text{ min}$ 后,立即戴上管套,置于铝制金属盒中保存。

8.3 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析并排出后,再将小型释放舱冷却到预定的温度。清洗后的释放舱应达到 8.5 的要求。

8.4 释放舱的试验条件

根据产品或限量标准的要求,选择释放舱温度、湿度、气体交换率等参数,并使释放舱处于约 $(10\pm 5)\text{ Pa}$ 的微正压状态,释放舱的典型工作条件及控制精度见表 1。

表 1 释放舱的工作条件

序号	释放舱参数/单位	参数范围	控制精度
1	温度/ $^{\circ}\text{C}$	28	设定值 ± 0.5
2	相对湿度/%	50	设定值 ± 3
3	空气交换率/(次 $\cdot\text{h}^{-1}$)	0.5~1.5	设定值 $\pm 5\%$
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。			
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。			

8.5 背景浓度测试

待释放舱达到预定试验条件(8.4),按 10.1 采集一定量的释放舱出口空气,并按 11.2 进行分析。释放舱 TVOC、单体的背景浓度应分别满足 $\leq 20\text{ }\mu\text{g}/\text{m}^3$ 、 $\leq 2\text{ }\mu\text{g}/\text{m}^3$ 的要求。

空白采集管浓度应足够低,不含有目标物。

9 释放试验

9.1 试样放置

将试样准确称重(精确至 0.001 kg)后尽快置于释放舱中,试样置于舱内的中央位置,并使鞋口与气

流前进方向保持一致,以保证鞋腔内气体流出。关闭舱门,确认释放舱的气密性和气体流量。

9.2 试样的期间储存

当试验周期较长时,两次采样间隔期间,可将试件从释放舱中取出,自由放置于与试验条件(8.4)相同的环境中,并避免受其他测试试件的污染。采样时,应至少提前 3 d(72 h)将试件重新置于释放舱中。

10 采样

10.1 VOCs 的采样

将恒流采样器与 Air Toxic 吸附管连接,吸附管采样端与释放舱采样口联接,使用恒流采样器采集释放舱出口空气中的 VOCs。采样流量、采样时间根据舱内 VOCs 浓度确定。空气采样时,吸附管及恒流采样器应尽可能靠近释放舱采样口,以保证气体温度与舱内温度一致。

注:对于 Air Toxic 吸附管,通常其采样流量为 100 mL/min~200 mL/min,最大采样量不超过 15 L。

10.2 采样时间

释放舱内温度和相对湿度稳定 8 h 后方可进行采样。

通常在试验开始后的第 1 d(24 h),3 d(72 h),7 d(168 h),14 d(336 h)和 28 d(672 h)进行空气采样,其他指定时间也可进行空气采样。

注 1:试验过程的选择基于测试目的。

注 2:如进行释放衰减研究,试验开始 28 d 以后仍可继续采样。

注 3:如果测试浓度低于定量限,可以结束试验。

10.3 其他要求

采样时应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的出口浓度,采样时应将两个采样管串联,按式(2)确认吸附剂是否穿透,当式(2)成立时,可视为无穿透现象发生。

$$\frac{C_1}{C_1 + C_2} \times 100 \geq 95(\%) \quad \dots\dots\dots(2)$$

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($\mu\text{g}/\text{m}^3$)。

11 采集样品的分析

11.1 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:300 °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 °C~-10 °C;
- 5) 冷阱加热速率:40 °C/sec;
- 6) 冷阱热脱附温度:280 °C~300 °C;

- 7) 冷阱热脱附时间:5 min~10 min;
 - 8) 传输线温度:220 ℃~250 ℃;
 - 9) 分流比:根据浓度确定分流比。
- b) 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 μm;
 - 2) 进样口温度:230 ℃;
 - 3) 升温程序:30 ℃(2 min) $\xrightarrow{5\text{ }^{\circ}\text{C/min}}$ 60 ℃ $\xrightarrow{10\text{ }^{\circ}\text{C/min}}$ 200 ℃(10 min);
 - 4) FID:温度 260 ℃、氢气流量 35 mL/min、空气流量 400 mL/min、尾吹气(N₂)35 mL/min;
 - 5) 载气:高纯氮气。
- c) GC-MS 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 μm;
 - 2) 升温程序:40 ℃(1 min) $\xrightarrow{5\text{ }^{\circ}\text{C/min}}$ 100 ℃ $\xrightarrow{10\text{ }^{\circ}\text{C/min}}$ 250 ℃(10 min);
 - 3) 色谱质谱接口温度:260 ℃;
 - 4) 质量扫描范围和方式:扫描范围为 25 u~350 u,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 ℃。

11.2 分析测试

按 11.1 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、空白吸附管和样品吸附管进行测试。根据保留时间或质谱图定性,峰面积定量。目标挥发性有机化合物色谱流图参见附录 D。

12 分析结果的计算

12.1 线性校准方程的建立

根据标准样品吸附管中目标挥发性有机化合物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(3),其线性相关系数 r^2 应大于 0.995。

$$A_i = K_i \times m_i + b_i \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

A_i ——标准样品吸附管中目标挥发性有机化合物 i 的峰面积;

K_i ——目标挥发性有机化合物 i 的线性校准方程的斜率;

m_i ——标准样品吸附管中目标挥发性有机化合物 i 的质量,单位为微克(μg);

b_i ——目标挥发性有机化合物 i 的线性校准方程在 Y 轴上的截距。

12.2 样品吸附管解吸量的计算

12.2.1 目标挥发性有机化合物解吸量的计算

样品吸附管中目标挥发性有机化合物的解吸量按式(4)计算:

$$M_{i,t} = (A'_{i,t} - b_i) / K_i \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$M_{i,t}$ ——样品吸附管中目标挥发性有机化合物 i 的解吸量,单位为微克(μg);

- A'_i ——样品吸附管中目标挥发性有机化合物 i 的峰面积；
 b_i ——目标挥发性有机化合物 i 校准方程在 Y 轴上的截距；
 K_i ——目标挥发性有机化合物 i 线性校准方程的斜率；
 t ——试验时间，单位为小时(h)。

12.2.2 其他挥发性有机化合物解析量的计算

除乙醇、丙酮、甲苯等目标挥发性有机化合物外，其他挥发性有机化合物解析量以甲苯的线性校准方程计算。

12.3 总挥发性有机化合物解析量的计算

总挥发性有机化合物解析量按式(5)计算：

$$M_{T,t} = M_{i,t} + \sum M_{j,t} \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

- $M_{T,t}$ ——试验时间为 t 时，色谱流出时间在乙醇至正十六烷之间总挥发性有机化合物的解析量，单位为微克(μg)；
 $M_{i,t}$ ——试验时间为 t 时，目标挥发性有机化合物 i 的解析质量，单位为微克(μg)；
 $M_{j,t}$ ——试验时间为 t 时，色谱流出时间在乙醇至正十六烷之间，除上述目标挥发性有机化合物外，其他未识别 j 的解析量，单位为微克(μg)；
 t ——试验时间，单位为小时(h)。

13 释放浓度、释放速率的计算

13.1 释放浓度

试验时间为 t 时，目标单体、总挥发性化合物的释放浓度分别按式(6)、(7)计算：

$$C_{i,t} = M_{i,t} / V_t \quad \dots\dots\dots (6)$$

$$C_{T,t} = M_{T,t} / V_t \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

- $C_{i,t}$ ——试验时间为 t 时，目标挥发性有机化合物的释放浓度，单位为微克每立方米($\mu\text{g}/\text{m}^3$)；
 V_t ——试验时间为 t 时的采样体积，单位为升(L)；
 $C_{T,t}$ ——试验时间为 t 时，总挥发性化合物的释放浓度，单位为微克每立方米($\mu\text{g}/\text{m}^3$)；
 t ——试验时间，单位为小时(h)。

13.2 单元样品释放速率

试验时间为 t 时，目标挥发性有机化合物、总挥发性化合物的单元释放速率分别按式(8)、(9)计算：

$$\text{SER}u_i(t) = C_{i,t} \cdot N / Lu \quad \dots\dots\dots (8)$$

$$\text{SER}u_T(t) = C_{T,t} \cdot N / Lu \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中：

- $\text{SER}u_i(t)$ ——试验时间为 t 时，目标挥发性有机化合物的单元释放速率，单位为微克每双小时 [$\mu\text{g}/(\text{双} \cdot \text{h})$]；
 N ——释放舱的空气交换率，单位为每小时(h^{-1})；
 $\text{SER}u_T(t)$ ——试验时间为 t 时，总挥发性化合物的单元释放速率，单位为微克每双小时 [$\mu\text{g}/(\text{双} \cdot \text{h})$]；
 t ——试验时间，单位为小时(h)；

Lu ——样品的单元负载率,与释放舱有效容积关系见式(10),单位为双每立方米(双/ m^3)。

$$Lu = n/2V_0 \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中:

n ——试样的数量,单位为只;

V_0 ——释放舱的有效容积,单位为立方米(m^3)。

13.3 质量释放速率

试验时间为 t 时,目标挥发性有机化合物、总挥发性化合物的质量释放速率分别按式(11)、(12)计算:

$$SERm_i(t) = C_{i,t} \cdot N/Lm \quad \dots\dots\dots(11)$$

$$SERm_T(t) = C_{T,t} \cdot N/Lm \quad \dots\dots\dots(12)$$

式中:

$SERm_i(t)$ ——试验时间为 t 时,目标挥发性有机化合物单体的 i 质量释放速率,单位为微克每千克小时 [$\mu g/(kg \cdot h)$];

$SERm_T(t)$ ——试验时间为 t 时,总挥发性化合物的质量释放速率,单位为微克每千克小时 [$\mu g/(kg \cdot h)$];

t ——试验时间,单位为小时(h);

Lm ——样品的质量负载率,与样品质量、释放舱有效容积关系见式(13),单位为千克每立方米(kg/m^3)。

$$Lm = m/V_0 \quad \dots\dots\dots(13)$$

式中:

m ——测试试样的初始质量,单位为千克(kg);

V_0 ——释放舱的有效容积,单位为立方米(m^3)。

14 试验报告

试验报告应包括下列信息:

- a) 使用的标准方法。
- b) 样品来源及描述:
 - 产品类型(和商标名);
 - 试样抽样方法(例如,随机选择);
 - 产品历史(生产日期,批次,到达实验室日期,拆封时间和测试样品准备)。
- c) 试验结果:试验开始后指定时间的释放浓度或释放速率。
- 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);
 - 测试样品的规格、质量和负载率;
 - 采样情况(吸附剂,采样体积,试样放入释放舱后的采样过程和次数);
 - 对本标准的任何偏离;
 - 试验日期。
- e) 设备:设备和程序的信息(释放舱,背景浓度,分析仪器等)。

附录 A
(资料性附录)
试验流程示意图

试验流程示意图见图 A.1。

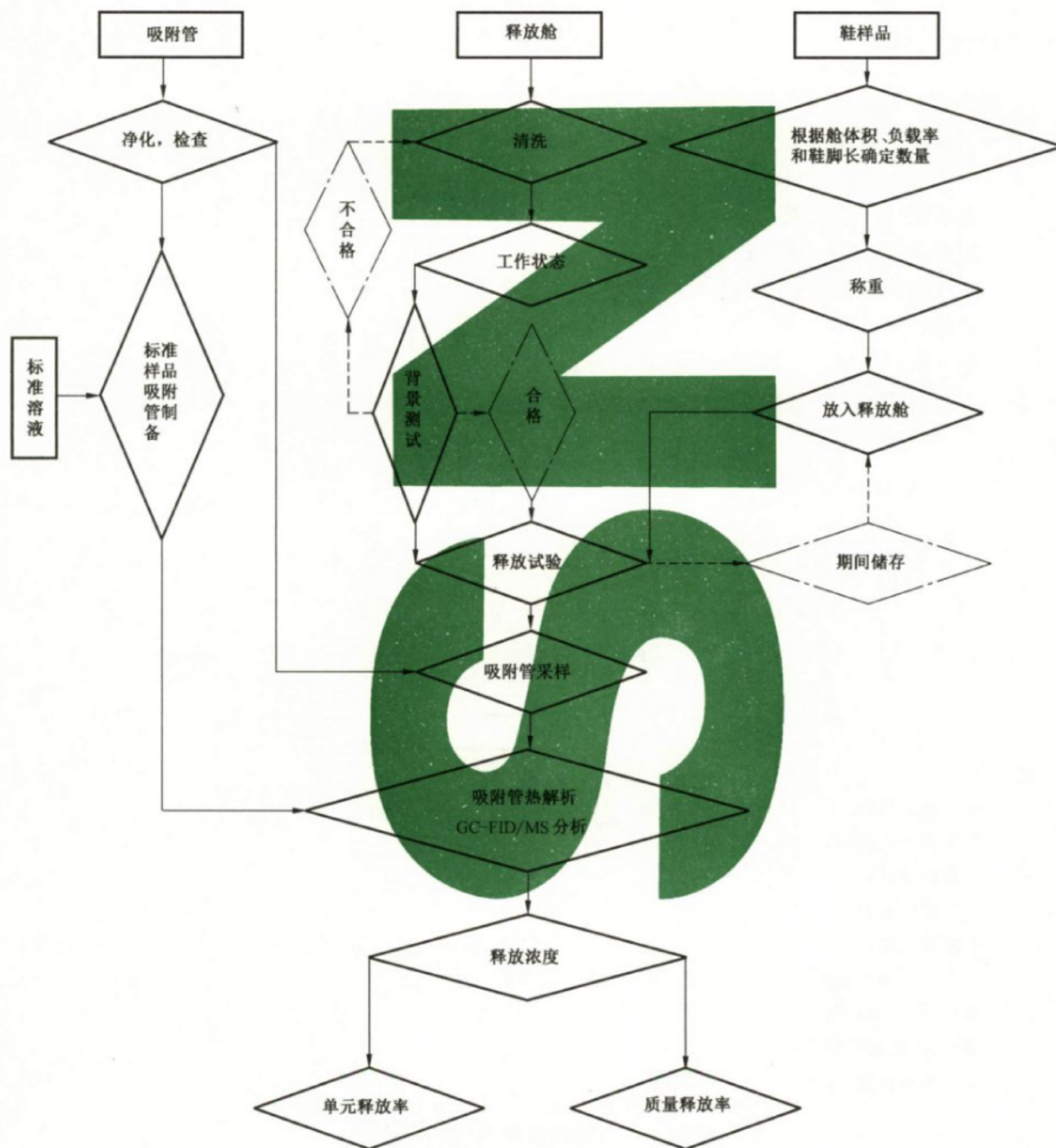


图 A.1 试验流程示意图

附录 B
(规范性附录)
小型释放舱系统

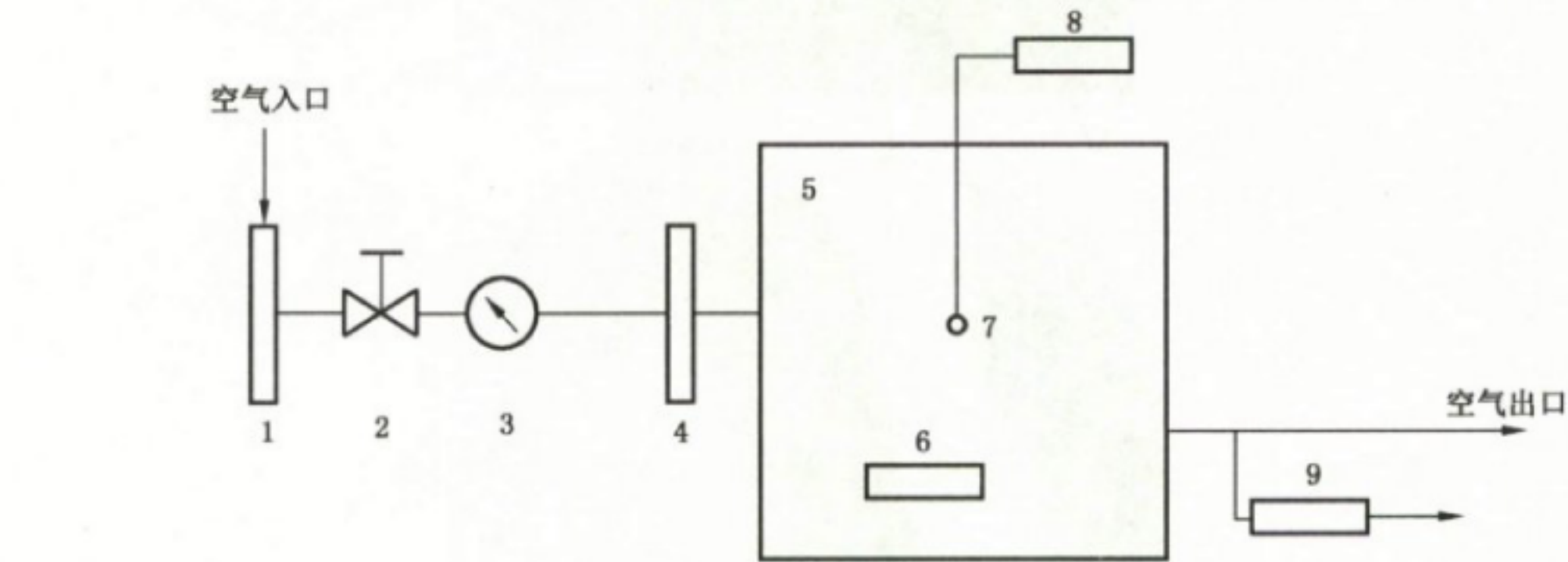
B.1 小型释放舱系统组成

B.1.1 概述

小型释放舱系统由以下部分组成：

- 小型释放舱体；
- 测试试件密封材料或密封装置；
- 清洁空气供给装置；
- 温度和湿度控制装置；
- 空气流量计及流量控制装置；
- 炉箱；
- 空气采样装置。

图 B.1 为小型释放舱装置示意图，其性能和要求应符合 B.1.2～B.2 要求。



说明：

- 1——空气过滤器；
- 2——气体流量控制器；
- 3——气体流量计；
- 4——空气调湿装置；
- 5——小型释放舱；
- 6——舱内空气循环装置；
- 7——温度、湿度传感器；
- 8——温度、湿度监控装置；
- 9——空气采样装置。

图 B.1 小型释放舱系统的示意图

B.1.2 小型释放舱

B.1.2.1 规格与材料

释放舱容积为 50 L～1 000 L。内壁材料为不锈钢，释放舱应易于清洗和热处理。

混合装置如风扇和密封材料可采用其他低释放和低吸附材料,采用其他材料时应证明不会增加释放舱的背景浓度。

B.1.2.2 气密性

为防止舱内、外空气的自由交换,避免实验室环境空气对试验结果产生影响,小型释放舱应具有良好的气密性,通常在微正压条件下工作。

B.1.2.3 流量控制与舱内气流混合

采用如电子质量流量控制装置以保证换气量连续抑制在某一恒定值。释放舱设计时应采用空气循环装置确保舱内空气充分混合。

B.1.3 清洁空气供给装置

采用清洁空气发生系统或清洁空气钢瓶供气避免释放舱系统背景浓度的增加。

B.1.4 温度和湿度控制装置

将释放舱置于一定温度条件下特定区域中,监控舱内温度。通过调整清洁空气供给装置的湿度,控制释放舱内的相对湿度,应避免水蒸气在舱内、舱壁上冷凝及水的喷射。

应采用独立的温度、湿度控制系统连续监控温度和相对湿度。

B.1.5 气体流量计及流量控制装置

在适当部位安装质量流量计及控制装置有效控制释放舱内的换气量,换气量以舱出口处流量为准。

B.1.6 炉箱

炉箱用于热解吸释放舱内壁可能吸附的挥发性有机化合物。

B.1.7 空气采样装置

通常在释放舱交换空气出口处采集分析空气,当在舱其他位置设置采样口采样时,应保证所采集的空气与出口处空气相同。

采样时,换气量保持稳定不变,采样流量应小于进气流量的 $2/3$ 。

当在交换空气排放管道上设置支管采样时,采样管与舱之间的连接距离尽可能短,连接管温度应与释放舱的温度保持一致,交换空气排放管道、连接管应采用低吸附材料,如聚四氟乙烯等。

注:可采用多通道采样管进行平行采样。

B.2 释放舱技术要求

B.2.1 有效容积:公称值 $\pm 5\%$ 。

B.2.2 温度: $23\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 28\text{ }^{\circ}\text{C}$,偏差 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

B.2.3 相对湿度: 50% ,偏差 $\pm 5\%$ 。

B.2.4 舱内压力:微正压 $(10\pm 5)\text{Pa}$ 。

B.2.5 空气交换率: $0.5\text{ 次/h}\sim 1.5\text{ 次/h}$ 、偏差 $\pm 5\%$ 。

B.2.6 背景浓度:释放舱与交换气体产生的总背景浓度为单体 $\leq 2\text{ }\mu\text{g}/\text{m}^3$ 、TVOC $\leq 20\text{ }\mu\text{g}/\text{m}^3$ 。

B.2.7 回收率:甲苯和正十二烷的平均回收率不小于 80% 。

B.2.8 泄漏率: $1\text{ }000\text{ Pa}$ 条件下其泄漏率小于释放舱容积的 $0.5\%/min$ 或不大于交换气体量的 5% 。

B.2.9 表面风速:试件表面风速为 $0.1\text{ m/s}\sim 0.3\text{ m/s}$ 。

附 录 C
(资料性附录)

不同规格释放舱装载样品数量推荐表

不同规格释放舱装载样品数量推荐表见表 C.1。

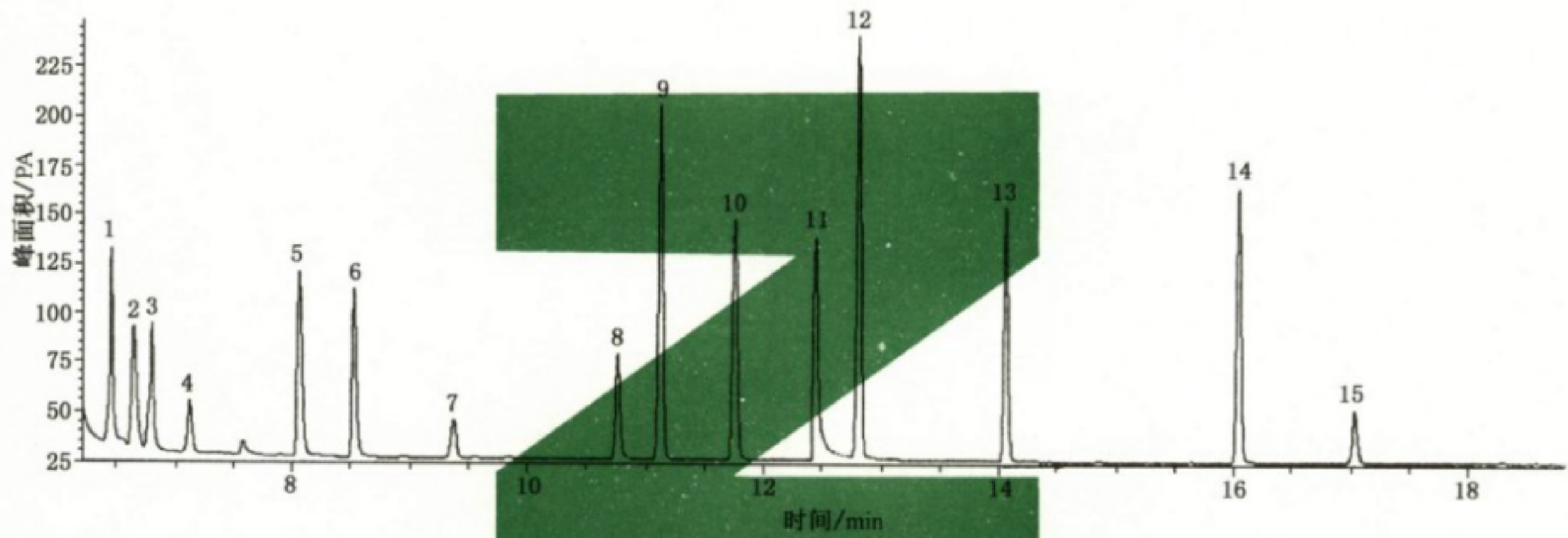
表 C.1 不同规格释放舱装载样品数量推荐表

分类		小儿童鞋(1~6岁)		大儿童鞋		成人	
脚长/cm		12.7	13~18.1	18.4~19.7	20.3~24.8	21~26.5	27~29
装载数量/ 只	250 L 释放舱	2	2	2	1	1	1
	1 000 L 释放舱	7	6	5	4	4	3
线性负载率		0.8~1.6		0.8~1.6		0.8~1.2	

附录 D
(资料性附录)

挥发性有机化合物色谱流出图

挥发性有机化合物色谱流出图见图 D.1。



说明：

- 1 —— 乙醇(CAS No.64-17-5)；
- 2 —— 丙酮(CAS No.67-64-1)；
- 3 —— 异丙醇(CAS No.67-63-0)；
- 4 —— 二氯甲烷(CAS No.75-09-2)；
- 5 —— 2-丁酮(78-93-3)；
- 6 —— 乙酸乙酯(CAS No.141-78-6)；
- 7 —— 1,1,1-三氯乙烷(CAS No.71-55-6)；
- 8 —— 三氯乙烯(CAS No.79-01-6)；
- 9 —— 庚烷(CAS No.142-82-5)；
- 10 —— 甲基异丁基酮(CAS No.108-10-1)；
- 11 —— N,N-二甲基甲酰胺(CAS No.68-12-2)；
- 12 —— 甲苯(CAS No.108-88-3)；
- 13 —— 乙酸丁酯(CAS No.123-86-4)；
- 14 —— 环己酮(CAS No.108-94-1)；
- 15 —— 正十六烷(CAS No.544-76-3)。

图 D.1 挥发性有机化合物色谱流出图