



中华人民共和国国家标准

GB/T 38794—2020

家具中化学物质安全 甲醛释放量的测定

Chemical safety in furniture—Determination of formaldehyde emission

2020-06-02 发布

2020-12-01 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 | III |
| 1 范围 | 1 |
| 2 规范性引用文件 | 1 |
| 3 术语和定义 | 1 |
| 4 收集方法 | 2 |
| 5 分析方法 | 5 |
| 附录 A（规范性附录） 各种样品外形轮廓体积的计算 | 15 |
| 参考文献 | 16 |



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。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国家具标准化技术委员会(SAC/TC 480)归口。

本标准起草单位:上海市质量监督检验技术研究院、宜华生活科技股份有限公司、广东联邦家私集团有限公司、深圳市计量质量检测研究院、伊莉雅(厦门)生态开发有限公司、佛山维尚家具制造有限公司、佛山市迪奥比家具有限公司、安吉县龙威家具有限责任公司、浙江省家具与五金研究所、国家家具产品质量监督检验中心(广东)、江苏省产品质量监督检验研究院、成都产品质量检验研究院有限公司、北京市产品质量监督检验院、清华大学。

本标准主要起草人:罗菊芬、吴海涛、许俊、杨如娥、周山林、刘晨光、海凌超、王红强、郝得锋、许金飞、黎干、廖顺南、丁晨、钟文翰、朱宇宏、李隆平、罗焯、张寅平。



家具中化学物质安全

甲醛释放量的测定

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了家具中甲醛释放量测试方法的收集方法和分析方法。

本标准适用于室内用家具产品甲醛释放量的测定。室内装饰装修材料和室外用家具可参照执行。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 17657—2013 人造板及饰面人造板理化性能试验方法

GB/T 18204.2—2014 公共场所卫生检验方法 第2部分:化学污染物

GB/T 31106—2014 家具中挥发性有机化合物的测定

GB/T 31107 家具中挥发性有机物化合物检测用气候舱通用技术条件

QB/T 1952.1—2012 软体家具 沙发

QB/T 1952.2—2011 软体家具 弹簧软床垫

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

甲醛释放量 formaldehyde release; formaldehyde emission

在标准规定条件下,通过某种测试方法,按照一定形式(如单位面积或承载率)和时间要求,测得产品(或原材料)向外界散发甲醛(HCHO)气体的浓度。

[GB/T 28202—2011,定义 2.9.7.1]。

3.2

气候舱舱容 volume of test chamber

气候舱空载时,舱内参与空气交换的总容积。

注:舱内照明设备、传感器等所占空间不计。

3.3

体积承载率 volume loading factor

木家具外形轮廓体积与气候舱舱容的比值。

注:单位为立方米每立方米(m^3/m^3)。



3.4

背景浓度 background concentration

气候舱空载时,舱内空气的甲醛浓度。

注:单位为毫克每立方米(mg/m^3)。

3.5

空气交换率 air exchange rate

单位时间内进入气候舱的清洁空气量与气候舱舱容的比。

3.6

空气流速 air velocity

试验条件下,舱内空气流过样品表面的速度。

4 收集方法

4.1 干燥器法

4.1.1 总则

本方法适用于木家具,以及钢木家具等硬制材料与木制材料混合制成的家具产品。

4.1.2 原理

根据家具设计使用状态、用材种类等制作试样,利用甲醛比空气重、易溶于水的特性,将试样放在一定容积的干燥器中,在干燥器底部放置盛有蒸馏水的结晶皿,将干燥器放入模拟居住环境室(舱)中一定时间后,测试结晶皿蒸馏水中的甲醛浓度。

4.1.3 仪器设备

4.1.3.1 玻璃干燥器:直径 240 mm,容积 $(11\pm 2)\text{L}$ 。

4.1.3.2 金属支架:不锈钢丝制成,能够均匀支撑试样直立于结晶皿之上的装置。

4.1.3.3 结晶皿:直径 $(120\pm 1)\text{mm}$,高度 60 mm~65 mm。

4.1.3.4 环境室(舱):温度 $(20\pm 1)^\circ\text{C}$ 。

4.1.3.5 支撑网:收集装置中宜有支撑网,支撑网结构按照 GB/T 17657—2013 中 4.59.2.2 的规定。

4.1.4 样品

4.1.4.1 取样:试样从家具成品样品上或同件家具成品样品的板件组合中获取。若家具成品样品中使用数种材料,则分别在每种材料的部件上取样,按照材料在家具中使用面积比例,确定每种材料部件上的试件数量,试样应在实验室内常温下制备。

4.1.4.2 试样规格:长 $(150\pm 1.0)\text{mm}$,宽 $(50\pm 1.0)\text{mm}$ 。

4.1.4.3 试样数量:试件中每种可能含有甲醛材料的试样六面体总表面积应接近 $1\ 800\ \text{cm}^2$ (封边端面不计),由此确定试样数量。不足取样的材料,可在同批次同型号的 2 件样品上取样;如同批次同型号的 2 件样品仍不能满足取样的,则不按此方法检测其甲醛释放量。

4.1.4.4 试样封边:试样割切后,保留试样 50 mm 的一个端面不封边,其余切割面应立即采用不含甲醛的材料进行封闭。可采用蜡封、密封带对切割面密封,密封带应包过断面并覆盖暴露面边缘 5 mm~8 mm。

4.1.4.5 试样存放:试样制备后应在 1 h 内开始试验,采用蜡封的试样,应等待试样封边处冷却后试验,否则应重新制作试件。

4.1.5 试验步骤

- 4.1.5.1 在干燥器(见 4.1.3.1)底部中央放置结晶皿(见 4.1.3.3),在结晶皿内加入(300±1)mL 蒸馏水。
- 4.1.5.2 在结晶皿上方依次放置支撑网和金属支架。金属支架上固定试样,使试样互不接触。
- 4.1.5.3 将放好试样的干燥器进行密封,并置于环境室(舱)(见 4.1.3.4)中 24 h±10 min,蒸馏水吸收从试样中释放出的甲醛,此溶液作为待测液。

4.2 气体分析法

4.2.1 总则

本方法适用于可以获取规定试样规格和数量(见 4.2.4.2)的家具产品。

4.2.2 原理

将已知表面积的家具试样放在温度、湿度、气流和压力均控制在给定值的密闭测试箱内,从试件中释放出来的甲醛与测试箱内的空气充分混合,气体从测试箱里连续抽取并通过气体洗瓶,瓶内装有用于吸收甲醛的蒸馏水。在试验结束时,甲醛浓度用分光光度计测定。用测定的浓度、抽样时间、试件的暴露面积计算出甲醛释放量,用毫克每平方米小时[$\text{mg}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$]表示。

4.2.3 仪器设备

气体分析仪,应符合 GB/T 17657—2013 中 4.61.2.1 的规定。背景浓度应满足:甲醛 $\leq 0.006 \text{ mg}/\text{m}^3$ 。

4.2.4 样品

4.2.4.1 取样:试样从家具成品样品上或同件家具成品样品的板件组合中获取。若家具成品样品中使用数种材料,则分别在每种材料的部件上按照材料在家具中使用面积比例,确定每种材料部件上的试件数量,试样应在实验室内制备。

4.2.4.2 试样规格和数量:每种含有甲醛的材料部件上取 400 mm×50 mm,试样的厚度即为材料部件的厚度,3 块试件,用于甲醛释放量的测定;25 mm×25 mm,试样的厚度即为材料部件的厚度,5 块或 6 块试件,用于含水率测定。

4.2.4.3 试样封边:试样割切后,保留试样 50 mm 的一个端面不封边,其余切割面应立即采用不含甲醛的材料进行封闭。可采用蜡封、密封带对切割面密封,密封带应包过断面并覆盖暴露面边缘 5 mm~8 mm。

4.2.4.4 试件存放:试样制备后应立即密封于聚乙烯树脂袋等密闭容器中,并在室温下保存。

4.2.5 试验步骤

4.2.5.1 试验次数:对于任何一种材料的试样,应进行两次平行试验,如果两份试件的测定结果差值大于 $0.5 \text{ mg}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$,则需要对进行第三份试件进行测定。取甲醛释放量最高的材料测试值为试件甲醛释放量值。

4.2.5.2 含水率测定:按 GB/T 17657—2013 中 4.3 的规定进行。

4.2.5.3 甲醛的释放与收集:用软管连接两个洗瓶为一组,每个装(25±5) mL 蒸馏水,水量确保测试箱内气压为 1 kPa~1.2 kPa,用软管连接到磁阀出口。

4.2.5.4 关闭测试箱,并预热到(60±0.5)℃。

4.2.5.5 将已经封边的试件以最有利于甲醛释放的暴露方式放入测试箱中开始测试。加热到(60±

0.5)℃, 空气相对湿度≤3%, 测试箱内气压为 1 kPa~1.2 kPa(通过压力调节器加以监控)。

4.2.5.6 开启空气泵, 使空气进入测试箱内, 用针阀和空气流量计量装置控制测试箱内的空气流量为 (60±3) L/h, 空气经过一组磁阀流入上述串联的洗瓶。

4.2.5.7 每组洗瓶吸收采样时间为 1 h, 4 组串联吸收瓶吸收采样连续自动切换。吸收采样结束后, 将各组吸收瓶中的溶液分别移至 250 mL 容量瓶中。用水量不超过 250 mL 的蒸馏水洗涤洗瓶和连接管, 并将洗涤液一并转移至容量瓶中, 加入蒸馏水定容至刻度标线, 作为待测液。

4.3 气候舱法

4.3.1 原理

将样品模拟家具使用承载状态, 按照规定的体积承载率放入气候舱内, 模拟家具通常使用的环境条件进行试验。当达到规定时间后, 采集舱内空气, 通过规定的试验方法测定其甲醛浓度。

4.3.2 仪器设备

4.3.2.1 气候舱: 应符合 GB/T 31107 的规定, 体积承载率应满足 0.075~0.3 的范围。

4.3.2.2 采样仪器和设备: 应符合 GB/T 31106—2014 中 4.1.3 的规定。

4.3.3 样品

4.3.3.1 样品外形轮廓体积的计算

按附录 A 的规定计算样品外形轮廓体积。当样品可调时, 按样品可调体积的最小值计算。

4.3.3.2 样品预处理

试验前, 可组装或折叠或调节的样品, 应按最有利于有害物质释放的样式进行组装或打开折叠机构或调节。对整件样品进行预处理, 所有活动部件表面应尽可能暴露在预处理环境中。

预处理时间为: (120±2)h。

预处理环境条件为:

- 温度(23±2)℃;
- 相对湿度(45±10)%;
- 样品间的距离不小于 300 mm;
- 样品间的甲醛浓度≤0.10 mg/m³。

4.3.4 试验步骤

4.3.4.1 气候舱选择

按体积承载率最接近 0.15 的原则选择合适的气候舱(见 4.3.2.1)。设定样品体积承载率等于 0.15 时, 1 h 内进入气候舱的清洁空气量与气候舱容积相等, 空气交换率为 1。当样品体积承载率不等于 0.15 时, 按式(1)计算空气交换率:

$$n = \frac{Q}{V} = \frac{a}{0.15t} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- n ——空气交换率, 精确至 0.01, 单位为每小时(h⁻¹);
- Q ——单位时间(t)内进入气候舱的清洁空气量, 单位为立方米每小时(m³/h);
- V ——气候舱舱容, 单位为立方米(m³);

a ——样品体积承载率,单位为立方米每立方米(m^3/m^3);

t ——单位时间,单位为小时(h), $t=1$ h。

4.3.4.2 背景浓度的测定

应在样品放入气候舱前1 h内采集舱内空气,按 GB/T 31106—2014 中的规定进行测定并记录甲醛的浓度。背景浓度应满足:甲醛 ≤ 0.006 mg/m^3 。

4.3.4.3 甲醛采集

样品预处理后,应在1 h内放入气候舱内开展试验。可组装或折叠或调节的样品,应按最有利于有害物质释放的样式进行组装或打开折叠机构或调节。对整件样品进行测试,所有活动部件表面应尽可能暴露在气候舱内。

试验期间,气候舱内试验条件应满足:

——温度(23 ± 1) $^{\circ}\text{C}$;

——相对湿度(45 ± 5)%;

——空气交换率,按式(1)计算;

——空气流速 0.1 $\text{m}/\text{s}\sim 0.3$ m/s ;

——进给空气中甲醛 ≤ 0.006 mg/m^3 。

样品放入气候舱内(20 ± 0.5)h后,按 GB/T 31106—2014 中 4.1.4 的规定进行空气采样,1 h内完成。

5 分析方法

5.1 方法一:乙酰丙酮分光光度法

5.1.1 总则

本方法适用于干燥器法和气体分析法收集的甲醛溶液。

5.1.2 原理

二氢吡啶合成法为测定基础,利用甲醛与铵根离子和乙酰丙酮反应生成黄色化合物二乙酰基二氢二甲基吡啶(DDL),DDL在412 nm处有最大的吸收原理,进行分光光度测定。

5.1.3 试剂

除另有规定外,所用试剂的纯度应在分析纯及以上,所用标准滴定溶液、制剂及制品,应按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备,实验室用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规格。

5.1.3.1 碘化钾(KI):分析纯。

5.1.3.2 重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$):优级纯。

5.1.3.3 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$):分析纯。

5.1.3.4 碘化汞(HgI_2):分析纯。

5.1.3.5 无水碳酸钠(Na_2CO_3):分析纯。

5.1.3.6 硫酸(H_2SO_4): $\rho=1.84$ g/mL ,分析纯。

5.1.3.7 盐酸(HCl): $\rho=1.19$ g/mL ,分析纯。

5.1.3.8 氢氧化钠(NaOH):分析纯。

5.1.3.9 碘(I_2):分析纯。

- 5.1.3.10 可溶性淀粉:分析纯。
- 5.1.3.11 乙酰丙酮($\text{CH}_3\text{COCH}_2\text{COCH}_3$):优级纯。
- 5.1.3.12 乙酸铵($\text{CH}_3\text{COONH}_4$):优级纯。
- 5.1.3.13 甲醛(CH_2O)溶液:质量分数 35%~40%。
- 5.1.3.14 冰乙酸(CH_3COOH):分析纯。

5.1.4 仪器设备

- 5.1.4.1 水槽,可保持温度(65 ± 2) $^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.1.4.2 分光光度计。可在波长 412 nm 处测量吸光度。宜使用光程为 50 mm 的比色皿。
- 5.1.4.3 天平:感量 0.01 g;感量 0.000 1 g。
- 5.1.4.4 碘价瓶:500 mL。
- 5.1.4.5 单标线移液管:0.1 mL,2.0 mL,25 mL, 50 mL, 100 mL。
- 5.1.4.6 棕色酸式滴定管:50 mL。
- 5.1.4.7 棕色碱式滴定管:50 mL。
- 5.1.4.8 量筒:10 mL,50 mL,100 mL,250 mL,500 mL。
- 5.1.4.9 表面皿:直径为 120 mm~150 mm。
- 5.1.4.10 白色容量瓶:100 mL,1 000 mL, 2 000 mL。
- 5.1.4.11 棕色容量瓶:1 000 mL。
- 5.1.4.12 带塞锥形瓶:50 mL,100 mL。
- 5.1.4.13 烧杯:100 mL,250 mL,500 mL,1 000 mL。
- 5.1.4.14 棕色细口瓶:1 000 mL。
- 5.1.4.15 滴瓶:60 mL。
- 5.1.4.16 玻璃研钵:直径 100 mm~120 mm。
- 5.1.4.17 结晶皿:外径 120 mm,内径(115 ± 1)mm,高度 60 mm~65 mm。
- 5.1.4.18 小口塑料瓶:500 mL,1 000 mL。

5.1.5 试样

单独充分混合干燥器法甲醛待测溶液(见 4.1.5.3)或气体分析法甲醛待测溶液(见 4.2.5.7),用该溶液清洗一个 100 mL 的单标容量瓶,然后定容至 100 mL。用玻璃塞封上容量瓶。如果试样不能马上检测,应密封贮存在容量瓶中,在 0°C ~ 5°C 下保存,不超过 30 h。

5.1.6 试验步骤

5.1.6.1 溶液配制

按 GB/T 17657—2013 中 4.59.4.1 的规定进行。

5.1.6.2 空白试验

在干燥器内不放试件,模拟用干燥器收集家具试样中甲醛释放量的过程,做空白试验,空白值不应超过 0.05 mg/L。气体分析法的空白值以蒸馏水的吸光度计算。

5.1.6.3 甲醛质量浓度的测定

干燥器法按 GB/T 17657—2013 中 4.59.6.3 的规定进行。气体分析法按 GB/T 17657—2013 中 4.61.6.4 的规定进行。

5.1.6.4 标准曲线

干燥器法按 GB/T 17657—2013 中 4.59.6.4 的规定绘制标准曲线。气体分析法按 GB/T 17657—2013 中 4.60.6.6 的规定绘制标准曲线,绘制吸光度与甲醛质量浓度 0 mg/L~3 mg/L 的标准曲线,标准曲线至少每月检查一次。

5.1.7 试验数据处理

5.1.7.1 干燥器法的甲醛释放量结果的表示

干燥器法的甲醛溶液浓度按式(2)计算,精确至 0.01 mg/L:

$$\rho_1 = (A_s - A_b) \times f \times 1\ 800 / S \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- ρ_1 ——甲醛质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- A_s ——甲醛溶液的吸光度;
- A_b ——空白液的吸光度;
- f ——标准曲线的斜率,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- 1 800——规定试样的表面积,单位为平方厘米(cm²);
- S ——所取试样表面积,单位为平方厘米(cm²)。

试件中每种材料的试样按上述方法进行测试结果计算,将测得的最高甲醛释放量记入试件的最终结果。

5.1.7.2 气体分析法甲醛释放量结果表示

试件中每种试样的测试结果按 GB/T 17657—2013 中 4.61.7 的规定进行。将测得的最高甲醛释放量记入试件的最终结果。

5.1.8 精密度

5.1.8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 20%,以大于这两个测定值的算术平均值的 20%的情况不超过 5%为前提。

5.1.8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 40%,以大于这两个测定值的算术平均值的 40%的情况不超过 5%为前提。

5.2 方法二:酚试剂分光光度法

5.2.1 总则

本方法适用于气候舱法收集的甲醛气体。

5.2.2 原理

空气中的甲醛与酚试剂反应生成嗪,嗪在酸性溶液中被高铁离子氧化形成蓝绿色化合物。根据颜色深浅,比色定量。

5.2.3 试剂

除另有规定外,所用试剂的纯度应在分析纯及以上,所用标准滴定溶液、制剂及制品,应按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备,实验室用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规格。

5.2.3.1 吸收液原液:称取 0.10 g 酚试剂 $[\text{C}_6\text{H}_4\text{SN}(\text{CH}_3)\text{C}:\text{NNH}_2 \cdot \text{HCl}]$,加水溶解,置于 100 mL 容量瓶中,加水到刻度,摇匀。放冰箱中保存,可稳定 3 d。

5.2.3.2 吸收液:量取吸收液原液 5 mL,加 95 mL 水,即为吸收液。采样时,临用现配。

5.2.3.3 0.1 mol/L 盐酸溶液:量取 9 mL 盐酸,溶于水中,并稀释至 1 000 mL。

5.2.3.4 1%硫酸铁铵溶液:称取 1.0 g 硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$,用 0.1 mol/L 盐酸溶解,并稀释至 100 mL。

5.2.3.5 碘溶液 $\left[c\left(\frac{1}{2}\text{I}_2\right)=0.1\text{ mol/L}\right]$:称取 40 g 碘化钾,溶于 25 mL 水中,加入 12.7 g 碘。待碘完全溶解后,用水定容至 1 000 mL。移入棕色瓶中,贮存于暗处。

5.2.3.6 1 mol/L 氢氧化钠溶液:称取 40 g 氢氧化钠,溶于水中,并稀释至 1 000 mL。

5.2.3.7 0.5 mol/L 硫酸溶液:取 28 mL 浓硫酸缓慢加入水中,冷却后,稀释至 1 000 mL。

5.2.3.8 硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1000\text{ mol/L}]$:可购买标准试剂,也可按 GB/T 601 的规定进行配制和标定。

5.2.3.9 0.5%淀粉溶液:将 0.5 g 可溶性淀粉,用少量水调成糊状后,再加入 100 mL 沸水,并煮沸 2 min~3 min 至溶液透明。冷却后,加入 0.1 g 水杨酸或 0.4 g 氯化锌,保存。

5.2.3.10 甲醛标准储备溶液:取 2.8 mL 含量为 36%~38%甲醛溶液,放入 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,此溶液 1 mL 约相当于 1 mg 甲醛,其准确浓度用下述碘量法标定。也可购买标准试剂。

甲醛标准储备溶液的标定:精确量取 20.00 mL 待标定的甲醛标准储备溶液,置于 250 mL 碘量瓶中。加入 20.00 mL 碘溶液(见 5.2.3.5)和 15 mL 氢氧化钠溶液(见 5.2.3.6),放置 15 min,加入 20 mL 硫酸溶液(见 5.2.3.7),再放置 15 min。用硫代硫酸钠标准滴定溶液(见 5.2.3.8)滴定,至溶液呈现淡黄色时,加入 1 mL 淀粉溶液(见 5.2.3.9),继续滴定至刚使蓝色褪去为终点,记录所用硫代硫酸钠标准滴定溶液体积(V_2)。同时用水作试剂空白滴定,记录空白滴定所用硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积(V_1)。甲醛溶液的浓度按式(3)计算:

$$\rho_2 = (V_1 - V_2) \times c \times \frac{15.02}{20.00} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

ρ_2 ——甲醛标准储备溶液中甲醛质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_1 ——滴定空白时所用硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定甲醛溶液时所用硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

15.02 ——甲醛摩尔质量的数值 $\left[M\left(\frac{1}{2}\text{HCHO}\right)=15.02\right]$,单位为克每摩尔(g/mol);

20.00 ——所取甲醛标准储备溶液的体积,单位为毫升(mL)。

二次平行滴定,滴定所用硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积误差应小于 0.05 mL,否则应重新标定。

5.2.3.11 甲醛标准溶液:临用时,将甲醛标准储备溶液(见 5.2.3.10)用吸收液(见 5.2.3.2)稀释成 1.00 mL 含 1 μg 甲醛。此标准溶液可稳定 24 h。

5.2.4 仪器设备

5.2.4.1 大型气泡吸收管:有 10 mL 刻度线。



5.2.4.2 空气采样器:流量范围 0 L/min~2 L/min。流量稳定可调,采样前和采样后应用皂膜流量计校准采样流量,误差小于 5%。

5.2.4.3 具塞比色管:10 mL。

5.2.4.4 大气压力表:精度 0.01 kPa。

5.2.4.5 分光光度计。

5.2.4.6 一般实验室常用仪器设备。

5.2.5 试样

用内装 10 mL 吸收液(见 5.2.3.2)的大型气泡吸收管(见 5.2.4.1),以 0.5 L/min~1.0 L/min 流速,自测试设备的出口气体中采样(见 4.3.4.3)。采样体积取决于待测气体中的甲醛浓度,一般不低于 10 L。采样时,应确保采样流量不大于设备出口气体流量的 80%。记录采样点的温度和大气压力。采样后试样在室温下应在 24 h 内分析。

5.2.6 试验步骤

5.2.6.1 标准曲线的绘制

取 10 mL 具塞比色管,用甲醛标准溶液(见 5.2.3.11)按表 1 制备标准系列。

表 1 甲醛标准系列

| 管号 | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
|--------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| 标准溶液体积 mL | 0 | 0.10 | 0.20 | 0.40 | 0.60 | 0.80 | 1.00 | 1.50 | 2.00 |
| 吸收液体积 mL | 5.00 | 4.90 | 4.80 | 4.60 | 4.40 | 4.20 | 4.00 | 3.50 | 3.00 |
| 甲醛含量 μg | 0 | 0.10 | 0.20 | 0.40 | 0.60 | 0.80 | 1.00 | 1.50 | 2.00 |

在各管中加入 1%硫酸铁铵溶液 0.4 mL,摇匀。在不低于 18 °C 的环境中放置 15 min。用 1 cm 比色皿,在波长 630 nm 下,以水作参比,测定各管溶液的吸光度。以甲醛含量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准曲线,并计算回归曲线斜率,以斜率倒数作为样品测定的计算因子 B_g 。

5.2.6.2 试样的测定

采样后,用少量吸收液冲洗吸收管,合并使总体积为 10 mL,移取 5.00 mL 试样溶液入比色管中,按绘制标准曲线的操作步骤(见 5.2.6.1)测定吸光度(A)。如果测得的吸光度值超出了标准曲线的线性范围,则重新移取试样溶液,稀释后测定,记录稀释因子(d)。在每批试样测定的同时,用 5.00 mL 未采样的吸收液作试剂空白,测定试剂空白的吸光度(A_0)。

5.2.7 试验数据处理

5.2.7.1 将采样体积按式(4)换算成标准状态下的采样体积:

$$V_0 = V \times \frac{T_0}{T} \times \frac{p}{p_0} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

V_0 ——换算成标准状态下的采样体积,单位为升(L);

- V —— 采样体积,单位为升(L);
- T_0 —— 标准状态的热力学温度,273 K;
- T —— 采样时采样点现场的摄氏温度(t)与标准状态的热力学温度之和, $(t+273)$ K;
- p —— 采样时采样地点的大气压力,单位为千帕(kPa);
- p_0 —— 标准状态下的大气压力,101.3 kPa。

5.2.7.2 试样气体中甲醛浓度按式(5)计算:

$$\rho_3 = (A - A_0) \times B_g \times \frac{2d}{V_0} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- ρ_3 —— 试样气体中甲醛质量浓度,单位为毫克每立方米(mg/m^3);
- A —— 试样溶液的吸光度;
- A_0 —— 空白溶液的吸光度;
- B_g —— 由标准曲线的绘制(见 5.2.6.1)得到的计算因子,单位为微克(μg);
- d —— 稀释因子;
- V_0 —— 换算成标准状态下的采样体积,单位为升(L)。

计算结果保留两位有效数字。

5.2.8 测量范围、干扰和排除

5.2.8.1 测量范围

用 5 mL 样品溶液,本方法测定范围为 0.1 μg ~ 1.5 μg ;采样体积为 20 L 时,可测浓度范围 0.01 mg/m^3 ~ 0.15 mg/m^3 。

5.2.8.2 干扰和排除

20 μg 酚、2 μg 醛以及二氯化氮对本方法无干扰。二氧化硫共存时,使测定结果偏低。对二氧化硫干扰不可忽视,可将气样先通过硫酸锰滤纸过滤器,予以排除。

5.2.9 精密度

5.2.9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 20%,以大于这两个测定值的算术平均值的 20%的情况不超过 5%为前提。

5.2.9.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 40%,以大于这两个测定值的算术平均值的 40%的情况不超过 5%为前提。

5.3 方法三:变色酸分光光度法

5.3.1 总则

本方法适用于气候舱法收集的甲醛气体。

5.3.2 原理

甲醛与变色酸在硫酸溶液中呈紫色化合物,其颜色的深浅与甲醛含量成正比,与标准比较定量。

5.3.3 试剂

除另有规定外,所用试剂的纯度应在分析纯及以上,所用标准滴定溶液、制剂及制品,应按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备,实验室用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规格。

5.3.3.1 吸收液:称取 10.0 g 亚硫酸氢钠,置于烧杯中,加水溶解,置于 1 000 mL 棕色容量瓶中,加水到刻度,摇匀,贮存于暗处。

5.3.3.2 1% 变色酸($C_{10}H_8O_8S_2$)溶液:称取 0.1 g 变色酸,置于锥形瓶中,加水 10 mL,摇匀使其完全溶解(临用现配)。

5.3.3.3 碘溶液 $\left[c\left(\frac{1}{2}I_2\right)=0.1\text{ mol/L}\right]$:见 5.2.3.5。

5.3.3.4 1 mol/L 氢氧化钠溶液:见 5.2.3.6。

5.3.3.5 硫酸(H_2SO_4):浓硫酸。

5.3.3.6 0.5 mol/L 硫酸溶液:见 5.2.3.7。

5.3.3.7 硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(Na_2S_2O_3)=0.100\ 0\text{ mol/L}]$:见 5.2.3.8。

5.3.3.8 0.5% 淀粉溶液:见 5.2.3.9。

5.3.3.9 甲醛标准储备溶液:见 5.2.3.10。

5.3.3.10 甲醛标准溶液:临用时,将甲醛标准储备溶液(见 5.3.3.9)用吸收液(见 5.3.3.1)稀释成 1.00 mL 含 1 μg 甲醛。此标准溶液可稳定 24 h。

5.3.4 仪器设备

5.3.4.1 大型气泡吸收管:50 mL。

5.3.4.2 空气采样器:同 5.2.3.2。

5.3.4.3 具塞比色管:25 mL。

5.3.4.4 大气压力表:同 5.2.3.4。

5.3.4.5 分光光度计:同 5.2.3.5。

5.3.4.6 一般实验室常用仪器设备。

5.3.5 试样

用一个内装 20 mL 吸收液(见 5.3.3.1)的大型气泡吸收管(见 5.3.4.1),以 0.5 L/min~1.0 L/min 流速,自测试设备的出口气体中采样(见 4.3.4.3),采样体积取决于待测气体中的甲醛浓度,一般不低于 20 L,采样时,应确保采样流量不大于设备出口气体流量的 80%。记录采样点的温度和大气压力。采样后样品在室温下应在 24 h 内分析。

5.3.6 试验步骤

5.3.6.1 标准曲线的绘制

取 25 mL 具塞比色管,用甲醛标准溶液(见 5.3.3.10)按表 2 制备标准系列。

表 2 甲醛标准系列

| 管号 | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|--------------|------|------|------|------|------|------|------|
| 标准溶液体积 mL | 0 | 0.10 | 0.30 | 0.50 | 0.70 | 1.00 | 1.50 |
| 吸收液体积 mL | 4.00 | 3.90 | 3.70 | 3.50 | 3.30 | 3.00 | 2.50 |
| 甲醛含量 μg | 0 | 0.10 | 0.30 | 0.50 | 0.70 | 1.00 | 1.50 |

在各管中加入 1% 变色酸溶液(见 5.3.3.2) 0.1 mL, 摇匀, 缓慢加入浓硫酸(见 5.3.3.5) 6 mL, 并缓慢轻轻地摇动具塞比色管, 使溶液不分层时即完全混合均匀, 将比色管盖上盖子置于沸水浴中加热 15 min, 待冷却至室温, 用 1 cm 比色皿, 在波长 580 nm 下, 以水作参比, 测定各管溶液的吸光度。以甲醛含量为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制标准曲线, 并计算回归曲线斜率, 以斜率倒数作为样品测定的计算因子 B_g 。

如室温显色 2 h 后上机测试吸光度, 不应将比色管置于沸水浴中加热 15 min。

如空白试剂吸光度比水高 0.030 以上, 应重新进行测试。

5.3.6.2 试样的测定

采样后, 用少量吸收液冲洗吸收管, 合并使总体积为 20 mL, 移取 4.00 mL 试样溶液入比色管中。按绘制标准曲线的操作步骤(见 5.3.6.1)测定吸光度(A), 如果测得的吸光度值超出了标准曲线的线性范围, 则重新移取试样溶液, 稀释后测定, 记录稀释因子(d); 在每批试样测定的同时, 用 4.00 mL 未采样的吸收液作试剂空白, 测定试剂空白的吸光度(A_0)。

5.3.7 试验数据处理

5.3.7.1 将采样体积按式(4)换算成标准状态下采样体积。

5.3.7.2 试样中甲醛浓度按式(6)计算:

$$\rho_4 = (A - A_0) \times B_g \times \frac{5d}{V_0} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

ρ_4 —— 试样气体中甲醛质量浓度, 单位为毫克每立方米(mg/m^3);

A —— 试样溶液的吸光度;

A_0 —— 空白溶液的吸光度;

B_g —— 由标准曲线的绘制(见 5.3.6.1)得到的计算因子, 单位为微克(μg);

d —— 稀释因子;

V_0 —— 换算成标准状态下的采样体积, 单位为升(L)。

计算结果保留两位有效数字。

5.3.8 精密度

5.3.8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 20%, 以大于这两个测定值的算术平均值的 20% 的情况不超过 5% 为前提。

5.3.8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 40%，以大于这两个测定值的算术平均值的 40% 的情况不超过 5% 为前提。

5.4 方法四：气相色谱法(GC 法)

5.4.1 总则

本方法适用于气候舱法收集的甲醛气体。

5.4.2 原理

空气中的甲醛在酸性条件下吸附在涂有 2,4-二硝基苯肼(2,4-DNPH)6201 担体上,生成稳定的甲醛腙。用二硫化碳脱洗后,经 OV-色谱柱分离,用氢焰离子化检测器测定,以保留时间定性,峰高定量。

5.4.3 试剂

除另有规定外,所用试剂的纯度应在分析纯及以上,所用标准滴定溶液、制剂及制品,应按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备,实验室用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规格。

5.4.3.1 二硫化碳:需重新蒸馏进行纯化。

5.4.3.2 2,4-DNPH 溶液:称取 0.5 mg 2,4-DNPH 于 250 mL 容量瓶中,用二氯甲烷稀释到刻度。

5.4.3.3 2 mol/L 的盐酸溶液。

5.4.3.4 吸附剂:10 g 6201 担体[粒度为 178 μm ~250 μm (60 目~80 目)],用 40 mL 2,4-DNPH 二氯甲烷饱和溶液分二次涂敷,减压,干燥、备用。

5.4.3.5 甲醛标准溶液:配制和标定方法按照 5.2 中的规定。

5.4.4 仪器设备

5.4.4.1 采样管:内径 5 mm,长 100 mm 玻璃管,内装 150 mg 吸附剂,两端用玻璃棉堵塞,用胶帽密封,待用。

5.4.4.2 空气采样器:流量范围为 0.2 L/min~10 L/min,流量稳定。采样前和采样后用皂膜流量计校准采样系统的流量,误差小于 5%。

5.4.4.3 具塞比色管:5 mL。

5.4.4.4 微量注射器:10 μL ,体积刻度应校正。

5.4.4.5 气相色谱仪:带氢火焰离子化检测器。

5.4.4.6 色谱柱:长 2 m,内径 3 mm 的玻璃柱,内装固定相(OV-1)和色谱担体(Shimatew)[粒度为 150 μm ~178 μm (80 目~100 目)]。

5.4.5 试样

取一支采样管,用前取下胶帽,拿掉一端的玻璃棉,加一滴(约 50 μL)2 mol/L 盐酸溶液后,再用玻璃棉堵好,自测试设备的出口气体中采样(见 4.3.4.3)。将加入的盐酸溶液的一端垂直朝下,另一端与采样进气口相连,以 0.5 L/min 的速度,抽气 50 L。采样后的试样用胶帽套好,并记录采样点的温度和多大气压。

5.4.6 试验步骤

按 GB/T 18204.2—2014 中 7.3.5 的规定。

5.4.7 试验数据处理

按 GB/T 18204.2—2014 中 7.3.6 的规定。

5.4.8 测量精密度和准确度

按 GB/T 18204.2—2014 中 7.3.7 的规定。

检出限为 $0.2 \mu\text{g}/\text{mL}$ (进样品洗脱液 $5 \mu\text{L}$)。

5.4.9 干扰

按 GB/T 18204.2—2014 中 7.3.8 的规定。



附 录 A
(规范性附录)
各种样品外形轮廓体积的计算

A.1 测量仪器

钢直尺或卷尺,精确度不低于 1 mm。如采用面积测定仪,精确度应不低于 1 mm。

A.2 各类木家具外形轮廓体积计算方法

A.2.1 柜类家具

测量柜类家具的最大水平投影面积和最大外形高度,计算两者的乘积作为柜类家具的外形轮廓体积。高出柜面的屏板和突出柜体的拉手的体积忽略不计。

A.2.2 桌类家具

测量桌类家具的最大水平投影面积和最大外形高度,计算两者的乘积作为桌类家具的外形轮廓体积,高出桌面的屏板体积忽略不计。

A.2.3 椅类家具

测量座面的最大水平投影面积和座面最大高度,计算两者的乘积作为椅类家具的外形轮廓体积。椅背和扶手的体积忽略不计。

A.2.4 凳类家具

测量凳面的最大水平投影面积和凳面最大高度,计算两者的乘积作为凳类家具的外形轮廓体积。

A.2.5 床类家具

测量床铺面的最大水平投影面积和铺面高度,计算两者的乘积作为床类家具的外形轮廓体积。高出铺面的床板体积忽略不计。

A.2.6 床垫类家具

按 QB/T 1952.2—2011 的规定测量床垫的长度、宽度和高度,计算其外形轮廓体积。

A.2.7 沙发类家具

按 QB/T 1952.1—2012 的规定测量沙发的座前高,测量沙发的最大水平投影面积,计算两者的乘积作为沙发家具下部的的外形轮廓体积,记为 V_1 。有靠背的沙发,测量靠背的中位线处厚度和靠背的宽度、高出座面的高度,这三者的乘积作为靠背的体积,记为 V_2 。无靠背沙发类家具的外形轮廓体积为 V_1 。有靠背的沙发类家具的外形轮廓体积为 $V_1 + V_2$ 。高出座面的扶手等体积忽略不计。

参 考 文 献

- [1] GB/T 28202—2011 家具工业术语
-