



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3613—2013

家具中总挥发性有机化合物的检测方法

Test method for determining total volatile organic compounds from furniture

(ANSI/BIFMA M7.1—2007, Standard test method for determining
VOC emissions from office furniture systems, components and seating, MOD)

2013-08-30 发布

2014-03-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

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。

本标准修改采用 ANSI/BIFMA M 7.1—2007《办公家具系统、组件和座椅中 VOC 释放率的标准试验方法》(英文版)。

本标准和美国标准条款对照一览表参见附录 A,技术性差异以及原因一览表参见附录 B。

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:中华人民共和国广东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:张志辉、梁莹、曾嘉欣、肖海洋、郭仁宏、刘卓钦、梁金玲、叶天安、罗宇。

家具中总挥发性有机化合物的检测方法

1 范围

本标准规定了一种在气候箱特定环境条件下,测定家具中总挥发性有机化合物的试验方法。
本标准适用于家具中总挥发性有机化合物的测试。

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。

HJ 571—2010 环境标志产品技术要求 人造板及其制品

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

清洁空气置换率 clean air change rate

N

单位时间内进入气候箱的清洁空气流量(m^3/h)与气候箱有效容积(m^3)的比值,单位为 l/h ,简写成 ACH,用 n 表示。清洁空气流量 Q 用 m^3/h 表示,可由清洁空气供应管直接测量得到。

3.2

释放速度 emission factor

E

测试中分析物单位时间和单位测试面积释放的分析物质量, $\text{mg}/(\text{m}^2\text{h})$ 。

3.3

释放率 emission rate

R

测试样品在单位时间内的释放量, mg/h 。

3.4

气候箱 chamber

一个具有足够大容积、能够装载已组装完成的家具系统(或成套家具)/或家具产品(单件)或家具元件的气候箱,而且能够达到与家具产品相似使用环境条件(温度、相对湿度和空气混合度)要求的装置。

3.5

承载率 loading factor

L

气候箱内测试样品总面积除以气候箱净空气体积, m^2/m^3 。

3.6

时间零点 time zero

当测试样品放进气候箱,气候箱门关上一刻作为时间零点。

3.7

目标 VOC target volatile organic compounds

某种待测定挥发性有机物,例如苯、甲苯、二甲苯等。

3.8

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

利用 Tenax GC 或 Tenax TA 采样,非极性色谱柱(非极性指数小于 10)进行分析,保留时间在正己烷和正十六烷之间(包括正己烷和正十六烷)的挥发性有机化合物总和(GB/T 18883—2002)。

4 原理

将一定数量表面积的试样放入温度、相对湿度、空气流速和空气置换率控制在规定条件下的气候箱内,挥发性有机化合物(VOC)从样品中释放出来,与箱内空气混合,在一定时间时采集箱内空气样品,测试空气样品中 VOC 浓度,计算各 VOC 总和得到样品的 TVOC 释放率。

5 仪器设备

5.1 气候箱

5.1.1 气候箱结构要求

气候箱系统应包括气候箱箱体及清洁空气供给装置、空气交换装置、空气循环装置、温度和湿度控制装置等。

5.1.2 气候箱容积

5.1.2.1 大型气候箱。对于本标准方法,大型气候箱的最小体积为 1 m^3 ($1.0\text{ m} \times 1.0\text{ m} \times 1.0\text{ m}$ 高, $\geq 1\text{ m}^3$),能够容纳成套家具和家具元件(单体家具),而且能够保证提供足够循环和混合空气进入气候箱内。

5.1.2.2 小型气候箱。用于测试独立材料样品(如:面料、桌面、面板等)的气候箱,体积为 0.05 m^3 到 1 m^3 ,并且可以达到与大型气候箱相似的环境条件(温度、相对湿度、表面空气流速、空气混合度)的要求。

5.1.3 材料与结构

气候箱内壁、管道及与试验有关的各种装置应采用具有低释放、低吸收挥发性有机化合物的材料制造,对 VOC 的惰性尽可能大、与 VOC 不反应、易于清洗,内壁应具有光滑表面。通常采用的材料有:304 型或 316 型不锈钢、铝(喷砂或抛光)等。

5.1.4 气密性

为防止测试舱内、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,测试舱应具有良好的气密性,除了放进或取出试样的门有接缝,其他的接缝都必须密封。门具有自密性。测试舱通常在微正压(10 ± 5)Pa 条件下工作。

5.1.5 清洁空气供应和调节装置(补充空气)

补充空气应来自经过滤的无尘环境,清洁空气供给和调节装置应满足:任何单个目标 VOC 浓度应低于 $2\text{ }\mu\text{g}/\text{m}^3$;TVOC 含量应低于 $20\text{ }\mu\text{g}/\text{m}^3$ 。

5.1.6 气候箱的空气交换装置

气候箱内应安装能够连续控制换气率的装置。供给空气应符合 5.1.4 的规定。补充到气候箱内的空气必须先通过标准的干空气流量计,或其他空气流动计量装置,其校准度可依据国家标准规定。空气进口与出口应在不同的内壁上,并处于不同的高度。补充到气候箱内的空气流量要满足相应要求。

5.1.7 气候箱的空气循环(混合)装置

气候箱的测试舱内应具备空气混合装置(空气扩散器或混合风扇)使其空气能充分混合,在样品表面上方的空气流速为 $(0.1\sim 0.25)\text{m/s}$ 。

5.1.8 温度与相对湿度控制装置

试验期间,应保持试验舱内的温度和相对湿度在下列范围内:

温度: $(23\pm 1)^\circ\text{C}$,相对湿度: $(50\pm 5)\%$ 。

应避免试验舱内表面出现水冷凝或水雾现象。

5.2 空气样本采集系统

5.2.1 空气采样系统

空气采样系统由大气采样器、吸附管等构成。大气采样器流量范围 $(0.02\sim 1)\text{L/min}$,流量稳定。流量误差应小于 5%。吸附管采用内壁抛光的不锈钢管或玻璃管,管的大小与热解吸仪相匹配。吸附管的采样入口端应有标记,吸附管应预先装填至少 200 mg 粒径为 $(0.18\sim 0.25)\text{mm}$ (60 目~80 目)的 Tenax TTC 吸附剂。

5.2.2 采样要求

使用内含单种或多种吸附剂(Tenax-GC 或 Tenax-TA)的不锈钢或玻璃吸附管收集 VOCs,采用热解析将管中采集到的 VOCs 转移到 GC/MS 系统中作定性和定量检测。

5.3 分析系统

5.3.1 气相色谱仪

配备质量检测器。

5.3.2 色谱柱

非极性(极性指数小于 10)石英毛细管柱,如长 30 m~60 m,内径 0.25 mm~0.32 mm,管壁膜厚 $0.25\text{ }\mu\text{m}\sim 0.33\text{ }\mu\text{m}$ 的 100%二甲基聚硅氧烷毛细管柱。

5.3.3 热解析装置

采用能与 GC-MS 联用的热解析装置。典型的设备包括一个解析时固定吸附管的装置,使之在加热的同时进行惰性载气的吹扫。解吸温度、时间和载气流量等皆可调节。

6 测试样品的取样与准备

6.1 取样

应确保试样具有代表性且没有被污染。若测试结果被认为代表一组产品或材料,那么应在样品组

SN/T 3613—2013

中选定可能具有最高的挥发性有机化合物的排放量的代表样本。

6.2 样品包装及运输

选取代表性样品后,用铝箔包裹并放置在聚乙烯袋子里,或放置在聚酯薄膜或泰德拉取样袋中并密封。样品的运输必须与实际产品的运输标准相一致。

6.3 样品的贮存

实验室收到的检测用样品连包装储存在温度为 $(23\pm 3)^{\circ}\text{C}$,相对湿度 $(50\pm 15)\%$ 的通风房间内,或立即放置在气候箱内进行实验。测试样品必须在收到样品 10 日内拆除包装、安装后进行实验。

6.4 测试样品准备

6.4.1 概述

所有待测样品需除去外包装放进气候箱内预处理 3 d。严格控制环境条件,使温度为 $(23\pm 1.0)^{\circ}\text{C}$,相对湿度为 $(50\pm 5)\%$,空气流量为相应条件下测试 4 d,一共 7 d(168 h)。在第 72 h 和第 168 h 的时候从试验气候箱的抽风管或回风管中采集空气平行样(两个或更多)。空气样本采用适当的方法定性释放的 VOCs 种类,并测定这些 VOCs 的质量用以计算空气浓度。得到的浓度用于计算在类似恒定条件下第 72 h 和第 168 h 的释放率。

6.4.2 家具系统、单体家具和元件材料(或家具部件)的相应要求

6.4.2.1 对于家具系统(成套家具/系列家具),样品需在气候箱外拆卸包装,然后立即移至气候箱内组装。气候箱在测试条件下的组装过程需在 6 h 内完成,安装人员不得使用油腻的工具,并应戴上一次性清洁用品以尽量减少污染。在组装完成后,气候箱应在标准条件下运行[如,温度 $(23\pm 1)^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度 $(50\pm 5)\%$ 、空气流量 $(6\text{ L/s}\sim 10\text{ L/s})\pm 3\%$ 和压力 $(10\pm 5)\text{Pa}$]。

6.4.2.2 单体家具应在气候箱外拆卸包装,并应立即移至气候箱内组装和在操作条件下进行实验[如,温度 $(23\pm 1)^{\circ}\text{C}$ 、相对湿度 $(50\pm 5)\%$ 、空气流量 $(1.5\text{ L/s}\sim 2.5\text{ L/s})\pm 3\%$ 和压力 $(10\pm 5)\text{Pa}$]。任何一个组装程序都应在 6 h 内完成。在加载和组装过程中尽量保持气候箱门关闭。

6.4.2.3 元件材料(如,面料、桌面、面板等)采用小型气候箱测试,样品应被切割成一个预定义的标准尺寸,使得其承载率在 $0.3\text{ m}^2/\text{m}^3$ 和 $0.7\text{ m}^2/\text{m}^3$ 之间。试样应由硅酸钠或铝箔或石蜡(或等效方式)封边并放在不锈钢架中。释放数据包含了使用的密封材料,并应详细记录密封方法。然后将样品架系统放置在标准测试条件[如 $(23\pm 1)^{\circ}\text{C}$,相对湿度 $(50\pm 5)\%$ 和空气置换率 $(1.0\pm 0.05)\text{ACH}$]下的小型气候箱的底部。

6.4.2.4 对于本标准方法,家具系统(成套家具)采用箱体体积较大的气候箱(体积为 $\geq 20\text{ m}^3$)测试,其通风量为 $6.0\text{ L/s}\sim 10.0\text{ L/s}$ (相当于 33.0 m^3 气候箱 $0.65\sim 1.09\text{ ACH}$);家具元件(单体家具)采用箱体体积合适的气候箱(体积为 $\leq 6\text{ m}^3$),其测试通风量为 $1.5\text{ L/s}\sim 2.5\text{ L/s}$ 之间。测试组件材料样品采用小型气候箱($\leq 1\text{ m}^3$),使用 1.0 ACH 、承载率为 $0.3\text{ m}^2/\text{m}^3\sim 0.7\text{ m}^2/\text{m}^3$ 的测试条件。

6.4.3 记时

气候箱门在样品安装完成后应立即关闭并密封,然后记录时间,并将该点作为测试的时间零点。

6.4.4 气候箱工作条件

典型的气候箱的工作条件见表 1。

表 1 气候箱的工作条件

参 数	家具系统(成套家具)	单体(独立)家具	元件材料 (家具部件如,面料、桌面、面板等)
温度/℃	23.0±1.0		
相对湿度/%	50.0±5		
气候箱压力/Pa	10±5		
箱内试样表面空气流速/(m/s)	≤(0.25±0.05)		
空气流量/(L/s)	(6.0~10.0)L/s±5%	(1.5~2.5)L/s±5%	1.0ACH、承载率为 0.3 m ² /m ³ ~0.7 m ² /m ³

7 测试

7.1 气候箱的准备(净化)

气候箱测试前清洁干净,可以用碱性清洁剂清洗气候箱的内表面,然后用蒸馏水擦拭气候箱二次,吹干。气候箱也可通过热脱附进行清洁,在标准测试条件操作,至少进行 5 次换气。这样可以去除超过 99%因气候箱门打开引入的背景污染,并创建一个背景检查稳态条件。

调整气候箱及其装置,使其满足测试全过程,气候箱内保持以下条件:

- 温度:(23±1.0)℃;
- 相对湿度:(50±5)%;
- 试样表面空气流速:≤(0.25±0.05)m/s;
- 空气流量 L/s(具体见表 1)。

7.2 背景浓度检查

气候箱背景浓度的测定在每次进行新的测试前条款和在 168 h 处采集空气样本后应进行气候箱内空白浓度的测定。在气候箱排气或回流口处使用吸附管来测定背景浓度。背景 VOC 浓度应符合第 5.1.1.4 的具体准则。

7.3 样品加载

按 6.4 所述对测试样品进行准备和加载。在进出气候箱的所有时间里,气候箱门需保持关闭。在测试样品放进气候箱关门后记录时间。这个时间做为释放测试的时间零点。第一个 72 h 用于预处理样品。

注:在样品装载时保持进入气候箱的空气流量供应以减少从实验室的空气侵扰。

7.4 采集空气样品

7.4.1 吸附管处理

在空气取样前先清洁和处理吸附管。所有吸附管在使用前需经热解吸处理(活化处理)。采用温度 300 ℃、载气流速 50 mL/min~100 mL/min 的条件处理吸附管 10 min,以除去吸附管中可能存在的有机物。处理后的吸附管在用于气体取样前,应使用热解吸仪配套的密封帽密封,密封后存放在室温密封容器内。存放时间超过 4 个星期的吸附管在采样前应重新处理。

SN/T 3613—2013

7.4.2 吹扫

在空气样品采集前吹扫取样口 5 min。

7.4.3 采样

第 72 h 和 168 h 在气候箱排气和回风管处取空气样本平行样,使用吸附管来分析 VOC。每个空气样品的采样时间应在每个时间点的正中央(如第一次 71.5 h 开始到 72.5 h 结束,第二次 167.5 h 开始到 168.5 h 结束),并控制 ± 5 min。平行样的应在相同采样流量和采样时间条件下同时采集。

将采样管与空气采样器用管路连接。安装采样管到测试设备的气体出口,打开空气采样器,调节流量(控制流量在 50 mL/min~200 mL/min 之间),采样量为 1 L~6 L(根据样品挥发性有机化合物释放量大小确定采样体积,在本标准的测试条件下,5 L 的采样体积能满足绝大多数样品测试),记录采样开始和结束的时间、采样流量、温度和压力。任何时间的取样流量都不能超过入口流量的 75%。采样后将吸附管取下,立即用密封帽将管两端密封,储存在实验室专用的冰箱或冰柜内并尽快分析。每一空气样本都应有唯一编码标识。

在空气采样过程中应保持气候箱内正压(采样流速低于箱内气体流速的 80%)。

7.5 样品吸附管分析

选择合适的解析时间和条件,使解析中的损失率 $<5\%$ 。GC/MS 使用标准品进行至少 3 点校正,测定量应在标准曲线范围内。可选用以下方法之一:

——方法 1:

按照标准 HJ 571—2010 中附录 A5.5 进行分析时,建议选择 $(30\sim 60)\text{m}\times 0.25\text{mm}\times 0.25\text{ }\mu\text{m}$ 非极性色谱柱(非极性指数小于 10)进行分析。

绘制甲苯的标准曲线,以甲苯的响应因子计算 TVOC。

——方法 2:

按照标准 ANSI/BIFMA M7.1 中 9.2,样本吸附管和空白管按照下列方法进行分析:

根据 GC 的分析结果,定性测试样品释放的 VOCs。除选定的个别目标 VOCs 外,其他采用 MS 分析定性,使其与 NIST 谱库的相似度达 90%或以上。计算所有流出物色谱峰面积和面积总和,对峰面积大于总峰面积 10%的化合物进行定性。

所有被定性的化合物的峰面积应至少占采集到的 VOCs 总峰面积的 75%。

绘制甲苯的标准曲线,以甲苯的响应因子计算 TVOC。

8 结果计算

8.1 浓度的计算

TVOC 浓度的计算按照式(1)进行:

$$c(t_i) = \frac{m(t_i)}{V_s} - c_{bk} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$c(t_i)$ ——这 t_i 时的 TVOC 浓度,单位为毫克每立方米(mg/m^3);

$m(t_i)$ ——GC/MS 分析样品管中 TVOC 的质量,单位为毫克(mg);

t_i ——从时间零点开始的时间,也等于采样时间开始时到结束时的平均时间($t_1 = 72\text{ h}$, $t_2 = 168\text{ h}$);

V_s ——采样体积(等于采样空气流速乘以样品吸附的采样时间),单位为立方米(m^3);

c_{bk} ——在实验开始前气候箱内化合物的背景浓度,单位为毫克每立方米(mg/m^3)。

计算 $t_1=72\text{ h}$ 和 $t_2=168\text{ h}$ 时作为空气样品的平行样的平均浓度,记为 $c(t_1)$ 和 $c(t_2)$ 。评估平行样品分析物的相对偏差(如绝对差比平均值的百分比)。平等休养分析误差应小于 15%。

8.2 释放率的计算

在经过前处理后的家具系统(或成套家具)、单体家具及家具元件材料可被认为是一个稳定或接近稳定的释放源。在 t_1 和 t_2 时的释放速度按照式(2)计算(第 6 部分):

$$R(t_i) = Qc(t_i) \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$R(t_i)$ ——在 t_i ($i=1$ 和 2) 时的释放率, mg/h ;

Q ——供应的清洁空气流量 m^3/h ;

$c(t_i)$ ——在 t_i 时的 TVOC 浓度, mg/m^3 。

8.3 释放速度的计算

释放速度按照式(3)计算:

$$E(t_i) = \frac{R(t_i)}{A} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$E(t_i)$ ——在 t_i ($i=1$ 和 2) 时的释放速度,单位为毫克每平方米时($\text{mg}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$)。

$R(t_i)$ ——在 t_i ($i=1$ 和 2) 时的释放率,单位为毫克每时(mg/h);

A ——气候箱测试样品的数量,单位为平方米(m^2)。

9 试验报告

报告应包括以下信息:

- a) 测试样品的描述和准确的标识;
- b) 样品生产日期、采集日期和运输日期;
- c) 测试样品的特性和条件;
- d) 测试样品的接收日期;
- e) 测试日期;
- f) 使用测试方法标准;
- g) 测试条件,包括气候箱尺寸、体积、清洁空气流速、温度、湿度、测试样品的数量和尺寸;
- h) 测试结果。

附 录 A

(资料性附录)

本标准条款与 ANSI/BIFMA M7.1—2007 条款对照

表 A.1 本标准条款与 ANSI/BIFMA M7.1—2007 条款对照

本标准章节编号	对应 ANSI/BIFMA M7.1—2007 的章节编号
1 范围	1 范围与限制
2 规范性引用文件夹	2 参考标准
3 术语和定义	3 术语
3.1~3.8	3.2.1~3.2.15 部分内容
4 原理	4 测试方法概述
5 仪器设备	7 仪器设备
5.1~5.3	7.1~7.0
6 测试样品的取样与准备	8 测试样品的采集和准备
6.1~6.4.3	8.1.1~8.2.4
7 测试	9 测试步骤
7.1~7.5	9.1.1~9.2.1
8 结果计算	10 数据分析与解释
8.1~8.3	10.1~10.3
9 试验报告	12 实验测试报告

附 录 B
(资料性附录)

本标准与 ANSI/BIFMA M7. 1—2007 技术性差异以及原因

表 B. 1 本标准与 ANSI/BIFMA M7. 1—2007 技术性差异以及原因

本标准章节编号	技术性差异	原 因
1 范围	(1) 范围适用用“家具”代替美标“办公家具系统、组件和座椅”； (2) 本标准仅采用 GC 分析法，美标中有 GC 和 HPLC 分析法	在 ANSI/BIFMA M7. 1 条款 1. 5 中有说明同样适用于其他环境中使用的家具。适用范围更广
2 规范性引用文件	引用文件有相应改变	适合我国情况
3 术语和定义	(1) 将美国标准中的分为大型、中型、小型气候箱三种类型合并为一个：气候箱 (2) 删除了美标中的“生产日期、检测低限、办公家具系统、组件和座椅”的定义	更简洁明了，适合我国情况
4 原理	基本一致	更简洁清晰明确，同时将美标的一些描述放在条款 6. 3、6. 4 中
5 仪器设备	(1) 本标准用气候箱($\geq 1 \text{ m}^3$)代替 ANSI 标准中的大中小三种类型气候箱； (2) 增加了“气相色谱仪、色谱柱、热解析装置”	美国标准中是引用了另一标准，未明确。本标准直接明确，适合我国情况
6 测试样品的取样与准备	基本一致	更简洁明了
7 测试	样品分析方法有二种方法选择：方法 1 是引用我国标准 HJ 571—2010 中附录 A5. 5 方法；方法 2 为美标中 GC 和 HPLC 分析法中的 GC 分析法	我国标准 HJ 571—2010 中附录 A5. 5 方法比美标方法更简洁明了，多一个选择
8 结果计算	删除了 ANSI 中条款 10. 4~10. 7 对办公家具系列、组件、椅子与使用环境的影响因子的评估	适合我国标准制定要求
9 试验报告	删除了 ANSI 中关于实验室的有关信息	通常检测报告中有实验室的基本信息，本标准未再强调，适合我国标准制定要求。其实基本一致