



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3616—2013

木质材料中有机挥发物的检测方法 顶空-气相色谱-质谱法

Determination of volatile organic compounds in wood materials—
Headspace-GC-MS method

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：中华人民共和国吉林出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：卢利军、马书民、张勋、周晓、张代辉、丁旭。

木质材料中有机挥发物的检测方法

顶空-气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了木质材料顶空-气相色谱-质谱法测试有机挥发物苯、甲苯、乙酸丁酯、乙苯、对(间)二甲苯、邻二甲苯、苯乙烯及其总量的检测方法。

本标准适用于木质材料和人造板中有机挥发物苯、甲苯、乙酸丁酯、乙苯、对(间)二甲苯、邻二甲苯、苯乙烯及其总量的测定。

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

GB/T 18259 人造板及其表面装饰术语

3 术语和定义

GB/T 18259 界定的术语和定义适用于本文件。

4 方法提要

将特定表面积的试件放置于一定条件下的密闭舱中,在规定的时间内抽取一定体积的舱内气体,将气体中的有机挥发物捕集于吸附剂中,经热解析后用气相色谱/质谱仪测定,采用保留时间定性,外标法定量。

5 试剂和材料

本方法所用的试剂均为色谱纯,水用 GB/T 6682 规定的蒸馏水,气体纯度为 99.999%。

5.1 甲醇。

5.2 浓度为 1 000 mg/L 的苯、甲苯、乙酸丁酯、乙苯、对(间)二甲苯、邻二甲苯、苯乙烯七种混合标准溶液。

5.3 氮气。

5.4 氦气。

6 仪器、设备与器具

6.1 仪器设备

6.1.1 气相色谱-质谱仪(配有质量选择检测器)。

6.1.2 热解析仪(能与气相色谱-质谱仪联用,配老化仪及模拟采样装置)。

6.1.3 顶空密闭舱(容积 50 L;圆柱体,底面半径为 21.5 cm,高为 34.5 cm;表面为不锈钢,对有机挥发物无吸附)。

6.1.4 恒流大气取样器(流量范围 10 mL/min~1 000 mL/min)。

6.2 器具

6.2.1 移液器(1 000 μ L、100 μ L)。

6.2.2 微量进样器(10.0 μ L)。

6.2.3 吸附管(规格为 ϕ 6 mm \times 90 mm,内装粒度为 60 目~80 目的 Tenax TA 吸附剂 200 mg)。

7 试件的制备

依据样品情况,分别用电刨等试件制备设备将样品切至约 12.5 cm \times 20 cm 大小,用铝箔封边后,有效释放面积为 500 cm²,制样后尽快放入密闭舱中,进行试验。

8 测定步骤

8.1 顶空密闭舱的准备

先用甲醇,再用蒸馏水清洗密闭舱内壁,调整舱内温度为(23 \pm 2) $^{\circ}$ C。湿度为(45 \pm 3)% ,确认舱内空气中有机挥发物单体浓度小于 2 μ g/m³。

8.2 有机物的释放

将制备好的试件垂直置于准备好的密闭舱内(8.1)在(23 \pm 2) $^{\circ}$ C,湿度为(45 \pm 3)% 条件下保持 72 h 后开始采样。

8.3 吸附管的活化

用惰性气体(如:高纯氮气)进行高温净化,最高温度不高于 300 $^{\circ}$ C,净化时间不少于 30 min,应无干扰色谱峰存在,待用。

8.4 样品采集

将吸附管采样端与密闭舱采样口连接,吸附管的另一端与大气采样器相连,以 100 mL/min 流量主动采样 15 min,总体积为 1.5 L。取下吸附管,密封管的两端,待测试。

8.5 分析条件

8.5.1 热解析仪工作条件

本方法所用的的热解析仪工作条件参见附录 A 中表 A.1。

8.5.2 气相色谱-质谱条件

本方法所用的气相色谱-质谱条件参见表 A.2。

8.6 标准工作溶液的配制

用甲醇将混合标准溶液稀释成浓度为 20 mg/L、50 mg/L、100 mg/L、200 mg/L、500 mg/L 的标准

工作液,待用。

8.7 标准曲线的绘制

在室温状态下,将吸附管连接于模拟采样装置上,分别取 1.0 μL 系列标准工作液(8.6),注入吸附管的采样端。同时以 100 mL/min 的高纯氮气吹扫吸附管 5 min,取下吸附管密封,作为标准样品吸附管。

按 8.5 中仪器条件对系列标准样品吸附管进行分析,用热解析气相色谱-质谱法分析吸附管标准系列,以峰面积为纵坐标,以质量为横坐标。绘制标准曲线。

8.8 分析测试

按 8.5 中仪器条件对样品吸附管及空白吸附管进行分析测试,根据保留时间和质谱图定性,外标法定量。吸附管中目标单体的质量按式(1)计算:

$$A_i = km_i + b \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A_i ——目标有机物的峰面积;

k ——标准曲线的斜率;

m_i ——吸附管中有机挥发物单体质量,单位为毫克(mg);

b ——标准曲线的截距。

8.9 空白试验

除不加试样外,均按(8.1~8.8)操作步骤进行空白试验。

9 结果计算和表述

吸附管中目标单体的质量应扣除相应的空白,按式(2)计算;试件在 72 h 内释放的有机挥发物苯、甲苯、乙酸丁酯、乙苯、对(间)二甲苯、邻二甲苯、苯乙烯按式(3)计算,总和按式(4)计算:

$$M_i = m_i - m_{i0} \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$c_i = \frac{M_i \times V}{v \times S} \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$C_T = \sum c_i \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

M_i ——所采集的气体中 72 h 内有机挥发物单体总量,单位为毫克(mg);

m_i ——吸附管中有机挥发物单体质量,单位为毫克(mg);

m_{i0} ——空白试验中吸附管中有机挥发物单体释放量,单位为毫克(mg);

c_i ——72 h 内试件中释放的有机挥发物单体的面积浓度,单位为毫克每平方米(mg/m^2);

V ——释放舱的体积,单位为升(L);

v ——采集的气体的体积,单位为升(L);

S ——试样的面积,单位为平方米(m^2);

C_T ——72 h 内试件中有机挥发物总量的面积浓度,单位为毫克每平方米(mg/m^2)。

10 测定低限

本方法的测定低限为 0.04 mg/m^2 。

SN/T 3616—2013

附 录 A
(资料性附录)
分 析 条 件

表 A.1 热解析仪工作条件

柱头压力	0.08 MPa
炉温	280 ℃
传输线温度	280 ℃
流量	100 mL/min
解析时间	3 min
反吹时间	15 min
进样时间	0.5 min

表 A.2 气相色谱-质谱条件

色谱柱	DB-1 柱, 60 m×0.25 mm×0.25 μm
进样口	250 ℃, 分流比: 10 : 1
柱温	40 ℃ (20 min) $\xrightarrow{5\text{ }^{\circ}\text{C/min}}$ 150 ℃ (1 min) $\xrightarrow{10\text{ }^{\circ}\text{C/min}}$ 250 ℃ (10 min)
色谱-质谱接口温度	250 ℃
质量扫描范围	扫描范围 40 amu~450 amu
扫描方式	全扫描
载气	高纯氮, 柱流量 1.0 mL/min
电离方式	电子轰击
电离能量	70 eV
离子源温度	250 ℃