

ICS 号: 83.140.99
中国标准文献分类号: G 40

团 体 标 准

T/SHHJ000003-2018

学校运动场地合成材料面层有害物质限量

Limit of harmful substances of synthetic surfaces for school
sports areas

2018-08-08 发布

2018-11-01 实施

上海市化学建材行业协会 发布



1808283418064

目次

| | |
|---|----|
| 前言..... | I |
| 1 范围..... | 3 |
| 2 规范性引用文件..... | 3 |
| 3 术语和定义..... | 3 |
| 4 技术要求..... | 5 |
| 5 试验方法..... | 7 |
| 6 取样要求..... | 9 |
| 7 检验规则..... | 10 |
| 8 标志..... | 10 |
| 9 检测报告..... | 10 |
| 附录 A（规范性附录）邻苯二甲酸酯类化合物含量的测试 气相色谱-质谱法..... | 11 |
| 附录 B（规范性附录）18种多环芳烃含量的测试 气相色谱-质谱法..... | 15 |
| 附录 C（规范性附录）有害物质释放量的测试 小型环境测试舱法..... | 19 |
| 附录 D（规范性附录）气味评定..... | 25 |
| 附录 E（规范性附录）挥发性有机化合物含量的测试 顶空进样-气相色谱法..... | 27 |
| 附录 F（规范性附录）短链氯化石蜡（C ₁₀ -C ₁₃ ）含量的测试 气相色谱-电子捕获负化学电离源质谱法..... | 30 |
| 附录 G（规范性附录）4,4'-二氨基-3,3'-二氯二苯甲烷（MOCA）含量的测试..... | 34 |
| 附录 H（规范性附录）合成材料场地现场取样位置的确定规则..... | 40 |
| 附录 I（资料性附录）检验报告..... | 41 |

前言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由上海市化学建材行业协会、上海市消费者权益保护委员会提出。

本标准委托上海市化学建材行业协会负责解释。

本标准上海市化学建材行业协会团体标准，鼓励非协会成员的企业按照本协会的管理办法使用本标准。

本标准起草行业协会：上海市化学建材行业协会、安徽省体育设施用品行业协会、贵州省体育场地设施建设行业协会、湖南省体育设施建设协会、苏州市安全生产科技管理协会、云南省体育场馆建设运营协会、重庆市体育场馆协会、宁夏教育装备行业协会。

本标准主要起草单位：上海建科检验有限公司、巴斯夫聚氨酯特种产品（中国）有限公司、嘉兴绿能塑胶制品有限公司、江门市长河化工实业集团有限公司、江苏长诺运动场地新材料有限公司、上海航宽体育场设施工程有限公司、上海健生运动场工程有限公司、上海台安实业集团有限公司、苏州大乘环保新材料有限公司、优冠实业集团有限公司、都佰城新材料技术（上海）有限公司。

本标准参与起草单位：上海铭致建设发展有限公司、陶氏化学（中国）投资有限公司、江苏银河化轻有限公司、上海普华建筑装璜工程有限公司、万华化学集团股份有限公司、福建奥翔体育塑胶科技股份有限公司、广州格林斯柏体育设施有限公司、广州腾威科技股份有限公司、广州同欣康体设备有限公司、江苏兴奥体育设施材料有限公司、江苏中正检测股份有限公司、南京飞能橡塑制品有限公司、山东一诺威聚氨酯股份有限公司、上海沪南体育设施建筑工程有限公司、上海力茵地面弹性材料有限公司、上海临河建设有限公司、上海申奥工程有限公司、上海天路弹性材料有限公司、张家港市金桥塑胶有限公司、上海舜川建设工程有限公司、重庆凯南教学设备用品有限公司。

本标准主要起草人：楼明刚、车燕萍、张滨、傅徽、戚春元、沈忆蕊、张志光、詹程、李宏武、丁民、张青、牟萍、顾嘉赟、余询、钱震宇、钟高明、李洪雄、陆军荣、宋伟、赵文海、杨爱华、沈祖建、潘长禄、王玉平、倪磊、杭奇、何家旭、黎翠莲、邱峰、单秀军、林凡秋、沈美云、周露、全洪晖、陈晨、郭增奎、张云忠、钱俊、周山、孙清峰、慎利均、裴冬冬、杨雄、邹义铭、高卫东、卢宗杰、徐荣民、陈捷、裴桂雨、张量、张世磊、沈福全、唐炜、李亦然。

本标准代替标准的历次版本发布情况为：

——T/310101002-C003—2016。

本标准与 T/310101002-C003—2016 的主要差异为：

- 增加了预制型面层和现浇型面层的定义；
- 增加了合成材料面层成品苯乙烯和二硫化碳释放速率指标和测试方法；
- 删除了合成材料面层成品苯、甲苯和二甲苯总和含量指标和测试方法；
- 删除了游离甲苯二异氰酸酯（TDI）、游离二苯基甲烷二异氰酸酯（MDI）释放速率指标和测试方法；
- 增加了合成材料面层成品的 18 种多环芳烃总和、苯并[a]芘、短链氯化石蜡、邻苯二甲酸酯类

化合物、4,4'-二氨基-3,3'-二氯二苯甲烷（MOCA）、游离甲苯二异氰酸酯（TDI）和游离六亚甲基二异氰酸酯（HDI）总和、游离二苯基甲烷二异氰酸酯（MDI）指标和测试方法；

——增加了合成材料面层成品和固体原料的气味强度指标和测试方法；

——修订了合成材料面层非固体原料的挥发性有机化合物（VOC）含量指标和测试方法；

——增加了合成材料面层固体原料的挥发性有机化合物含量指标和测试方法。

学校运动场地合成材料面层有害物质限量

1 范围

本标准规定了学校运动场地合成材料面层有害物质限量的术语和定义、技术要求、试验方法、取样要求、检验规则和检测报告。

本标准适用于各级各类学校室外运动场地用合成材料面层及其原料。其它场所使用的合成材料面层及其原料亦可参照。

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，仅注年代号的版本适用于本文件。凡是不注年代号的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 4498.1-2013 橡胶 灰分的测定 第1部分：马弗炉法

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 10111-2008 随机数的产生及其在产品质量抽样检验中的应用程序

GB/T 14837.1 橡胶和橡胶制品 热重分析法测定硫化胶和未硫化胶的成分 第1部分：丁二烯橡胶、乙烯-丙烯二元和三元共聚物、异丁烯-异戊二烯橡胶、异戊二烯橡胶、苯乙烯-丁二烯橡胶

GB/T 14837.2 橡胶和橡胶制品 热重分析法测定硫化胶和未硫化胶的成分 第2部分：丙烯腈-丁二烯橡胶和卤化丁基橡胶

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 18446 色漆和清漆用漆基 异氰酸酯树脂中二异氰酸酯单体的测定

GB 18581 室内装饰装修材料 溶剂型木器涂料中有害物质限量

GB 18583 室内装饰装修材料 胶粘剂中有害物质限量

GB/T 23986-2009 色漆和清漆 挥发性有机化合物（VOC）含量的测定 气相色谱法

GB/T 23991 涂料中可溶性有害元素含量的测定

HJ 865-2017 恶臭嗅觉实验室建设技术规范

ISO 16000-3 室内空气第3部分：室内空气和试验室空气中甲醛与其他羰基化合物的测定 主动取样法（Indoor air - Part 3: Determination of formaldehyde and other carbonyl compounds in indoor air and test chamber air - Active sampling method）

ISO 16000-6 室内空气第6部分：通过 Tenax TA 吸附剂、热解吸以及使用质谱(MS)或质谱-火焰离子化检测器(MS-FID)的气相色谱主动取样来测定室内和试验室空气中的挥发性有机化合物(Indoor air - Part 6: Determination of volatile organic compounds in indoor and test chamber air by active sampling on Tenax TA sorbent, thermal desorption and gas chromatography using MS or MS-FID)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

合成材料面层 synthetic surface

指用胶粘剂、高分子颗粒、颜料、填料等合成材料经一定工艺组成的合成材料层，不包含铺设场地的非合成材料部分（如土基、混凝土层等）。

3.2

现浇型面层 in-situ casting surface

指现场浇筑铺装的合成材料面层。

3.3

预制型面层 prefabricated surface

指预先制备成一定厚度的卷材或块材，然后在施工现场粘结或拼装的合成材料面层。

3.4

人造草面层 artificial turf surface

以类似天然草的合成纤维经机械编织固定于底布层上所形成的合成材料面层。

3.5

合成材料面层固体原料 solid raw materials for synthetic surface

指在施工时以固体形式存在的合成材料，如丁苯橡胶颗粒、三元乙丙橡胶颗粒、聚氨酯橡胶颗粒、热塑性弹性体等高分子颗粒。

3.6

合成材料面层非固体原料 non-solid raw materials for synthetic surface

指在施工时以非固体形式存在的合成材料，如各种胶粘剂、现浇型面层用预聚体和多元醇树脂组分等。

3.7

挥发性有机化合物 volatile organic compounds (VOC)

在所处环境的正常温度和压力下，能自然蒸发的任何有机液体或固体。

3.8

挥发性有机化合物含量 volatile organic compounds content

按本标准规定的测试方法测定产品所得到的挥发性有机化合物的含量。

3.9

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

利用 Tenax TA 或采样，Tenax GC 非极性色谱柱（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的挥发性有机化合物的总和。

4 技术要求

4.1 合成材料面层成品中有害物质限量及气味

合成材料面层成品中有害物质限量及气味应符合表 1 的要求。

表 1 合成材料面层成品中有害物质限量及气味技术要求

| 项目 | 指标 | |
|-------------------------------------|--|-------------------|
| 有害物质释放速率/ (mg/m ² ·h) | 总挥发性有机化合物 (TVOC) | ≤5.0 |
| | 甲醛 | ≤0.10 |
| | 苯 | 不得检出 ^a |
| | 甲苯、二甲苯和乙苯总和 | ≤1.0 |
| | 苯乙烯 ^b | ≤4.5 |
| | 二硫化碳 ^b | ≤4.0 |
| 有害物质含量 | 3 种邻苯二甲酸酯类化合物 (DBP、BBP、DEHP) 总和 ^c (g/kg) | ≤1.0 |
| | 3 种邻苯二甲酸酯类化合物 (DNOP、DINP、DIDP) 总和 ^c (g/kg) | ≤1.0 |
| | 18 种多环芳烃总和 ^d (面层整体) / (mg/kg) | ≤20 |
| | 18 种多环芳烃总和 ^d (面层上表面 5 mm 以内部分) ^b / (mg/kg) | ≤20 |
| | 苯并[a]芘/ (mg/kg) | ≤1.0 |
| | 短链氯化石蜡 (C ₁₀ ~C ₁₃) ^b / (g/kg) | 不得检出 ^e |
| | 4,4'-二氨基-3,3'-二氯二苯甲烷 (MOCA) ^b / (g/kg) | 不得检出 ^f |
| | 游离甲苯二异氰酸酯 (TDI) 和游离六亚甲基二异氰酸酯 (HDI) 总和 ^b / (g/kg) | 不得检出 ^g |
| | 游离二苯基甲烷二异氰酸酯 (MDI) ^b / (g/kg) | ≤1.0 |
| | 可溶性铅/ (mg/kg) | ≤30 |
| | 可溶性镉/ (mg/kg) | ≤10 |
| | 可溶性铬/ (mg/kg) | ≤10 |
| | 可溶性汞/ (mg/kg) | ≤2 |
| 气味 | 气味等级 ^b 级 | ≤3 |

表 1 合成材料面层成品中有害物质限量及气味技术要求（续表）

| |
|--|
| 注： 预制型合成材料面层和人造草面层应在铺装前进行检测，人造草面层检测时应按照实际的用量填充橡胶颗粒。 |
| ^a 苯的最低检出释放速率为 0.005 mg/m ² ·h。 |
| ^b 人造草面层不对该项目进行检测。 |
| ^c 6 种邻苯二甲酸酯类化合物的具体名称见附录 A。 |
| ^d 18 种多环芳烃的具体名称见附录 B。 |
| ^e 短链氯化石蜡（C ₁₀ ~C ₁₃ ）的最低检出含量为 0.1 g/kg。 |
| ^f 4,4'-二氨基-3,3'-二氯二苯甲烷（MOCA）的最低检出含量为 0.01g/kg。 |
| ^g 游离甲苯二异氰酸酯（TDI）、游离六亚甲基二异氰酸酯（HDI）的最低检出含量为 0.1 g/kg。 |

4.2 合成材料面层原料中有害物质限量

4.2.1 非固体原料中有害物质限量应符合表 2 的要求。

表 2 非固体原料中有害物质限量技术要求

| 项目 | | 指标 |
|--|--------------|-------------------|
| 游离甲醛/（g/kg） | | ≤0.50 |
| 苯/（g/kg） | | 不得检出 ^a |
| 甲苯、二甲苯及乙苯总和/（g/kg） | | ≤1.0 |
| 3 种邻苯二甲酸酯类化合物（DBP、BBP、DEHP）总和 ^{b/} （g/kg） | | ≤1.0 |
| 3 种邻苯二甲酸酯类化合物（DNOP、DINP、DIDP）总和 ^{b/} （g/kg） | | ≤1.0 |
| 短链氯化石蜡（C ₁₀ ~C ₁₃ ）/（g/kg） | | 不得检出 ^c |
| 游离甲苯二异氰酸酯（TDI）和游离六亚甲基二异氰酸酯（HDI）总和/（g/kg） | | ≤4.0 |
| 4,4'-二氨基-3,3'-二氯二苯甲烷（MOCA）/（g/kg） | | 不得检出 ^d |
| 挥发性有机化合物含量/（g/L） | 沸点 250℃以下 | ≤20 |
| | 沸点 250℃~280℃ | ≤10 |
| 可溶性铅/（mg/kg） | | ≤30 |
| 可溶性镉/（mg/kg） | | ≤10 |
| 可溶性铬/（mg/kg） | | ≤10 |
| 可溶性汞/（mg/kg） | | ≤2 |

表 2 非固体原料中有害物质限量技术要求（续表）

| |
|---|
| 注：多组分样品，游离甲苯二异氰酸酯（TDI）和游离六亚甲基二异氰酸酯（HDI）总和应先检测固化剂样品中游离甲苯二异氰酸酯（TDI）和游离六亚甲基二异氰酸酯（HDI）含量，然后按产品明示的施工配比进行计算，其它检测项目按照产品明示的施工配比混合后测定。 |
| ^a 苯的最低检出含量为 0.02 g/kg。 |
| ^b 6 种邻苯二甲酸酯类化合物的具体名称见附录 A。 |
| ^c 短链氯化石蜡（C ₁₀ ~C ₁₃ ）的最低检出含量为 0.1 g/kg。 |
| ^d 4,4'-二氨基-3,3'-二氯二苯甲烷（MOCA）的最低检出含量为 0.01 g/kg。 |

4.2.2 固体原料中有害物质限量应符合表 3 的要求。

表 3 固体原料中有害物质限量及气味技术要求

| 项目 | 指标 |
|-----------------------------------|-----|
| 18 种多环芳烃总和 ^a / (mg/kg) | ≤20 |
| 苯并[a]芘 / (mg/kg) | ≤1 |
| 可溶性铅 / (mg/kg) | ≤30 |
| 可溶性镉 / (mg/kg) | ≤10 |
| 可溶性铬 / (mg/kg) | ≤10 |
| 可溶性汞 / (mg/kg) | ≤2 |
| 挥发性有机化合物含量 / (mg/kg) | ≤50 |
| 气味等级/级 ^b | ≤3 |

注：铺设前的预制型合成材料面层、人造草面层不作为固体原料进行检测。

^a 18 种多环芳烃的具体名称见附录 B。

^b 仅对人造草面层填充用合成材料颗粒进行气味等级评定。

4.3 其他要求

4.3.1 除人造草面层以外的合成材料面层中，无机填料含量应≤65%。

4.3.2 合成材料面层固体原料中的高聚物总量应≥20%。

5 试验方法

5.1 样品保存环境条件

采用温度为（25±5）℃的保存环境。

5.2 合成材料面层成品和固体原料中有害物质释放速率、气味强度和挥发性有机化合物含量的测定

- 5.2.1 合成材料面层成品有害物质释放速率的测定按照本标准附录 C 中的规定进行。
- 5.2.2 合成材料面层成品和固体原料气味等级的测定按照本标准附录 D 中的规定进行。
- 5.2.3 合成材料面层固体原料挥发性有机化合物含量的测定按照本标准附录 E 中的规定进行。

5.3 合成材料面层成品和固体原料中有害物质含量的测定

5.3.1 样品前处理

- 5.3.1.1 合成材料面层成品和固体原料中有害物质含量检测应按照本标准 5.3.1.2 的规定进行粉碎制样。
- 5.3.1.2 试样制备时，应取适量样品，采用冷冻研磨或不至产生热量的其他加工方式粉碎，选取粒径在 0.85 mm~1.40 mm (20 目~14 目) 之间的细小颗粒，作为检测用试样。如样品颗粒粒径小于 1.40 mm，则直接作为检测用试样。

注：对于现场挖取的样品，制样前应去除底层附着物，以避免基础层对面层材料可能的污染。

- 5.3.1.3 制样过程应避免使用不锈钢研磨装置以防止其造成的铬等污染。检测各项二异氰酸酯含量的试样在样品前处理过程中应避免空气中水分的影响。除重金属外，其余项目应在样品前处理后立即检测。

5.3.2 试样的测定

- 5.3.2.1 邻苯二甲酸酯类化合物 (DBP、BBP、DEHP、DNOP、DINP、DIDP) 的测定按附录 A 的规定进行。
- 5.3.2.2 18 种多环芳烃总和及苯并[a]芘的测定按附录 B 的规定进行。
- 5.3.2.3 短链氯化石蜡 (C₁₀-C₁₃) 的测定按附录 F 的规定进行。
- 5.3.2.4 4,4'-二氨基-3,3'-二氯二苯甲烷(MOCA)的测定按附录 G 的规定进行。
- 5.3.2.5 游离甲苯二异氰酸酯 (TDI) 和游离六亚甲基二异氰酸酯 (HDI) 总和的测定按 GB/T 18446 的规定进行。
- 5.3.2.6 游离二苯基甲烷二异氰酸酯 (MDI) 的测定按 GB/T 18446 的规定进行。
- 5.3.2.7 可溶性铅、镉、铬、汞的测定按 GB/T 23991 的规定进行。

5.4 合成材料面层非固体原料中有害物质含量的测定

- 5.4.1 游离甲醛的测定按 GB 18583 中的规定进行。
- 5.4.2 苯，甲苯、二甲苯及乙苯总和的测定按 GB 18581 中的规定进行。
- 5.4.3 游离甲苯二异氰酸酯 (TDI) 和游离六亚甲基二异氰酸酯 (HDI) 总和的测定按 GB/T 18446 中的规定进行。
- 5.4.4 邻苯二甲酸酯类化合物的测定，称取 (0.2~0.3) g (精确至 0.1 mg) 试样置于 50 mL 的容量瓶中，用乙酸乙酯溶解、分散并定容，摇匀，然后按照附录 A 中的规定进行分析。
- 5.4.5 短链氯化石蜡 (C₁₀-C₁₃) 的测定按照附录 F 中的规定进行。
- 5.4.6 4,4'-二氨基-3,3'-二氯二苯甲烷(MOCA)的测定按附录 G 中的规定进行。
- 5.4.7 挥发性有机化合物含量的测定按照 GB/T 23986-2009 中的规定进行。称取 1 g (精确至 0.1 mg) 试样，沸点限定值为 250℃时，标记物使用己二酸二乙酯，沸点限定值为 280℃时，标记物使用正十六烷，按方法 2 计算挥发性有机化合物含量，多组分原料按明示配比进行混合，搅拌均匀后称量。
- 5.4.8 可溶性铅、镉、铬、汞的测定按 GB/T 23991 中的规定进行。

5.5 无机填料含量的测定

按照 GB/T 4498.1-2013 中方法 A 的规定进行，试验温度为 $(550 \pm 25)^\circ\text{C}$ ，以该条件下的灰分含量作为无机填料含量。

5.6 高聚物总量的测定

按照 GB/T 14837.1 和 GB/T 14837.2 中的规定进行。

6 取样要求

6.1 见证取样

所有工程项目中使用到的合成材料面层原料及竣工后的合成材料面层成品的取样，应在建设方（或代建方、使用方）、施工方和第三方（监理等）见证的情况下进行。

6.2 取样要求

6.2.1 每项工程中同种合成材料面层为一个批次。每个批次的取样量按照表 4 中的规定进行：

表 4 合成材料面层取样量

| 产品铺设面积/m ² | 取样数量/组 | 样品规格 |
|-----------------------|--------|--------------------|
| ≤4000 | ≥1 | 300 mm×400 mm×实际厚度 |
| >4000 | ≥2 | |

6.2.2 合成材料运动场地面层施工后在现场条件下固化时间至少为 14 天，若样品在 14 天内没有完全固化，可适当延长施工现场固化时间，但不可采取加热等加速固化的措施，最长固化时间不得大于 28 天。

6.2.3 应在施工完成后直接从合成材料运动场地挖取样品，挖取样品位置的确定规则见附录 I；样品挖取后用聚乙烯或聚四氟乙烯袋密封，置于阴凉干燥处。样品选取后应尽快送达实验室进行检测。

6.2.4 合成材料面层原料的每一种类至少取一组样品，具体每一种类原料的取样量见表 5。

表 5 合成材料面层原料取样量

| 固体原料/吨 | 非固体原料/L | 取样数量/组 | 样品规格 |
|--------|---------|--------|--------------------------------|
| ≤40 | ≤5000 | ≥1 | 固体原料每组≥500 g 非固体原料每组≥250 mL |
| ≥40 | ≥5000 | ≥2 | |

6.2.5 合成材料面层原料应在进场施工前进行取样。非固体原料应充分搅拌后装入干净的玻璃或聚四氟乙烯瓶中密封保存，多组分样品按配比取样，将各组分单独取样保存，配比最小的组分取样量应不少于 50mL；固体原料、预制型面层和人造草面层取样后装入聚乙烯或聚四氟乙烯袋密封保存。

6.2.6 样品运输过程中应避免因扭曲、挤压、受潮、化学污染或高温等改变样品物理或化学完整性。

7 检验规则

7.1 本标准所列的全部技术要求为型式检验项目。

7.1.1 在正常生产情况下，每年至少进行一次型式检验。

7.1.2 有下列情况之一时，合成材料面层产品应进行型式检验：

- 新产品最初定型时；
- 产品异地生产时；
- 生产配方、工艺及原材料有较大改变时；
- 停产三个月后又恢复生产时。

7.2 检验结果的判定

每组样品均应单独进行检测，每组样品所有项目检验结果均达到本标准技术要求时，判定该组样品符合本标准要求；若有任一项未达到本标准技术要求，则判定该组样品不符合本标准要求。

8 标志

符合上海市化学建材行业协会团体标准管理办法规定的生产企业生产的合成材料面层原料产品，按本标准检验合格后，可向上海市化学建材行业协会申请在包装上使用“上海团标跑道”标识；由符合上海市化学建材行业协会团体标准管理办法规定的施工企业施工并经上海市化学建材行业协会全过程监管的项目场地，在合成材料面层按本标准检验并验收合格后，可由施工企业向上海市化学建材行业协会申请在相应项目场地上使用“上海团标跑道”标识。



9 检测报告

检测报告至少应包含如下信息。

- a) 样品送达实验室的日期；
- b) 样品检测结果及判定；
- c) 样品状态描述，如颜色、厚度等；
- d) 必要时提供多组分配比信息；
- e) 工程名称、取样日期、固化时间、取样部位等；
- f) 样品照片。

附录 A (规范性附录)

邻苯二甲酸酯类化合物含量的测试 气相色谱-质谱法

A.1 概述

本附录规定了用气相色谱-质谱法测定合成材料面层及其原料中邻苯二甲酸酯类化合物含量的方法。

A.2 原理

试样用乙酸乙酯或者其他合适的溶剂进行超声萃取，试样溶液冷却后用气相色谱-质谱联用仪测定，采用总离子流色谱图（TIC）进行定性，选择离子检测（SIM）进行定量。

A.3 材料和试剂

A.3.1 萃取溶剂

乙酸乙酯或者其他合适溶剂，分析纯。

A.3.2 校准化合物

邻苯二甲酸二丁酯（DBP）、邻苯二甲酸丁苄酯（BBP）、邻苯二甲酸二（2-乙基己基）酯（DEHP）、邻苯二甲酸二正辛酯（DNOP）、邻苯二甲酸二异壬酯（DINP）、邻苯二甲酸二异癸酯（DIDP），纯度 $\geq 98\%$ 或已知纯度。

A.3.3 标准储备溶液

分别称取适量的邻苯二甲酸酯类标准品，用萃取溶剂（A.3.1）配制成 DBP、BBP、DEHP、DNOP 浓度为 200 mg/L，DINP、DIDP 浓度为 500 mg/L 的混合标准储备溶液。标准储备溶液宜在 0℃~4℃ 冰箱中保存，配制后 180 d 内使用。

A.3.4 标准工作溶液

将标准储备溶液采用逐级稀释的方法配制 DBP、BBP、DEHP、DNOP 浓度从 0.5 mg/L 到 10 mg/L，DINP、DIDP 浓度从 2.5 mg/L 到 50 mg/L 之间的不少于 5 点的混合标准工作溶液。标准工作溶液宜在 0℃~4℃ 冰箱中保存，配制后 90 d 内使用。

A.3.5 有机相微孔滤膜

孔径 0.45 μm 。

A.4 仪器设备

A.4.1 气相色谱-质谱联用仪。

A.4.2 超声波发生器。

A.4.3 电子天平：精确度 0.1 mg。

A.5 分析步骤

A.5.1 气相色谱-质谱联用仪工作条件

由于测试结果取决于所使用的仪器，因此不可能给出仪器分析的普适参数，可参考的仪器条件如下：

- a) 色谱柱：5% 苯基-甲基硅氧烷毛细管柱，30 m×0.25 mm×0.25 μm；
- b) 进样口温度：290 °C；
- c) 柱温：程序升温，50 °C 保持 2 min，然后以 20 °C/min 升至 200 °C 再以 8 °C/min 升至 300 °C 保持 5.5 min；
- d) 质谱接口温度：280 °C；
- e) 离子源温度：230 °C；
- f) 电离方式：EI；
- g) 电离能量：70 eV；
- h) 质量扫描范围：50 amu~500 amu；
- i) 测试方式：全扫描的总离子流图（TIC）定性，选择离子监测（SIM）定量；
- j) 进样方式：不分流进样；
- k) 载气：氦气（纯度 ≥ 99.999%），流量为 1.0 mL/min；
- l) 进样量：1.0 μL；
- m) 溶剂延迟：5 min。

A.5.2 试样制备

称取约 0.5 g 样品，精确至 0.1 mg，放入螺口刻度试管（带密封盖），加入 10 mL 萃取溶剂（A.3.1）并密封试管，置于超声波发生器（A.4.2）中，在 60 °C 水温下超声萃取 60 min。萃取完成后，取出刻度试管冷却至室温并混合均匀，用微量注射器取 1 μL 进样，测其峰面积。若试样溶液的峰面积大于 A.3.4 中最大浓度的峰面积，则用萃取溶剂（A.3.1）稀释后测定，并将稀释倍数 f 代入计算公式中。

注 1：高浓度样品可进行两次萃取测试。

注 2：如果待测溶液中有颗粒物，取一部分试液经 0.45 μm 有机系微孔滤膜过滤后用于检测分析。

A.5.3 定性分析

进行样品测试时，如果检出色谱峰的保留时间与标准样品相一致，并且在扣除背景后样品质谱图中所有选择离子均出现，而且其丰度比与标准品的丰度比相一致（相对丰度>50%，允许±10% 的偏差；相对丰度在 20%~50% 之间，允许±15% 的偏差；相对丰度在 10%~20% 之间，允许±20% 的偏差；相对丰度≤10%，允许±50% 的偏差），则可判断样品中存在相应的邻苯二甲酸酯类。

在 A.5.1 条件下，6 种邻苯二甲酸酯类化合物的特征离子及其丰度比见表 A.1。

表 A.1 6 种邻苯二甲酸酯类化合物的定性参考离子和定量选择离子

| 序号 | 邻苯二甲酸酯名称 | CAS 编号 | 特征离子碎片 | | |
|----|------------------------|-------------------------|-----------------|----------------|------------|
| | | | 定性参考离子/amu | 定性参考离子丰度比 | 定量选择离子/amu |
| 1 | 邻苯二甲酸二丁酯 (DBP) | 84-74-2 | 149、150、205、223 | 100: 9: 6: 7 | 149 |
| 2 | 邻苯二甲酸丁苄酯 (BBP) | 85-68-7 | 149、150、206、238 | 100: 12: 23: 3 | 149 |
| 3 | 邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯 (DEHP) | 117-81-7 | 149、150、167、279 | 100: 11: 31: 5 | 149 |
| 4 | 邻苯二甲酸二正辛酯 (DNOP) | 117-84-0 | 149、279、150、261 | 100: 7: 11: 1 | 279 |
| 5 | 邻苯二甲酸二异壬酯 (DINP) | 28553-12-0 或 68515-48-0 | 149、293、127、167 | 100: 20: 11: 7 | 293 |
| 6 | 邻苯二甲酸二异癸酯 (DIDP) | 26761-40-0 或 68515-49-1 | 149、307、141、150 | 100: 20: 9: 10 | 307 |

A.5.4 定量分析

A.5.4.1 标准溶液和试液中待测试的邻苯二甲酸酯类化合物的响应值均应在仪器检测的线性范围内，如果试液的检测响应值超出仪器检测的线性范围，可适当稀释后测试。

A.5.4.2 本标准采用外标法对邻苯二甲酸酯类化合物进行定量分析。在色谱图中，选取适当的定量选择离子（参见表 A.1）进行峰面积积分，DINP 和 DIDP 应分别将其所有同分异构体的色谱峰的基线拉平后积分，计算其面积的总和，按式 (A.1) 计算样品中每种邻苯二甲酸酯的含量。

A.5.4.3 DINP 和 DIDP 由于包含不可分离的同分异构体，出峰存在部分重叠，并且如果同时存在 DNOP，在色谱图上 DNOP 出峰也会与 DINP 出峰出现重叠。因此在选取定量离子时应避免 DNOP、DINP 和 DIDP 之间的相互干扰，DNOP 选择 $m/z=279$ 、DINP 选择 $m/z=293$ 、DIDP 选择 $m/z=307$ 可在最大程度上减少相互之间的干扰。

A.5.5 空白试验

除不加试样外，均按照上述分析步骤进行。

A.6 结果计算

按式 (A.1) 计算样品中每种邻苯二甲酸酯类化合物的含量：

$$\omega_i = \frac{(c_i - c_{0i}) \times V \times f}{m \times 1000} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

ω_i —— 试样中第 i 种邻苯二甲酸酯的含量，单位为克每千克 (g/kg)；

- c_i —— 试样中第 i 种邻苯二甲酸酯的浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；
- c_{0i} —— 空白试样中第 i 种邻苯二甲酸酯的浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；
- V —— 试样定容体积，单位为毫升 (mL)；
- m —— 试样质量，单位为克 (g)；
- f —— 稀释倍数。

A.7 检出限

本方法 6 种邻苯二甲酸酯类化合物含量的参考检出限见表 A.2。

表 A.2 6 种邻苯二甲酸酯类化合物含量的参考检出限

| 名 称 | 检出限/ (g/kg) |
|------------------------|-------------|
| 邻苯二甲酸二丁酯 (DBP) | 0.01 |
| 邻苯二甲酸丁苄酯 (BBP) | 0.01 |
| 邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯 (DEHP) | 0.01 |
| 邻苯二甲酸二正辛酯 (DNOP) | 0.01 |
| 邻苯二甲酸二异壬酯 (DINP) | 0.05 |
| 邻苯二甲酸二异癸酯 (DIDP) | 0.05 |

A.8 精密度

同一实验室相同条件下，在短时间内对同一被测对象，两次独立测定结果的绝对差值不应大于其算术平均值的 10%。

附录 B (规范性附录)

18 种多环芳烃含量的测试 气相色谱-质谱法

B.1 概述

本附录规定了用气相色谱-质谱法测定合成材料面层及其原料中18种多环芳烃含量的方法。

B.2 原理

试样用乙酸乙酯或者其他合适的溶剂进行超声萃取，萃取液经冷却后试样经超声波水浴提取，提取液冷却后为待测溶液，用气相色谱-质谱联用仪测试，内标法定量。

B.3 材料和试剂

B.3.1 萃取溶剂

乙酸乙酯或其他合适的溶剂，均为分析纯。

B.3.2 标准工作溶液

18种多环芳香烃（PAHs）混合标准溶液。

B.3.3 内标溶液

内标溶液如下：

- a) 内标物 1：八氘代萘溶液（naphthalene-d₈），用于校正表 B.1 中 2 号 PAH；
- b) 内标物 2：十氘代芘溶液（pyrene-d₁₀），或十氘代蒽溶液（anthracene-d₁₀），或十氘代菲溶液（Phenanthrene-d₁₀），用于校正表 B.1 中 3 号~8 号，10 号~12 号 PAHs；
- c) 内标物 3：十二氘代芘溶液（perylene-d₁₂），或十二氘代苯并[a]芘溶液[benzo (a) pyrene-d₁₂]，三苯基苯（triphenylbenzene），用于校正表 B.1 中 13 号~17 号，19 号~21 号 PAHs。

B.3.4 内标物混合溶液

移取适量内标物 1、内标物 2、内标物 3，用萃取溶剂（B.3.1）稀释成含内标物 1 质量浓度为 0.3 mg/L、内标物 2 质量浓度为 0.42 mg/L、内标物 3 质量浓度为 0.96 mg/L 的混合内标液，至少应使用 3 种内标物质。

B.3.5 混合标准溶液配制

移取适量 18 种 PAHs 混合标准溶液（B.3.2），用萃取溶剂（B.3.1）逐级稀释成质量浓度为 0.1 mg/L、0.05 mg/L、0.02 mg/L、0.01 mg/L、0.002 mg/L 的系列标准溶液各 1 mL，再分别加入 100 μL 内标物混合溶液（B.3.4），混合均匀。

B.3.6 有机相微孔滤膜

孔径 0.45 μm。

B.4 仪器设备

B.4.1 气相色谱-质谱联用仪。

B.4.2 超声波发生器。

B.4.3 电子天平：精确度0.1 mg。

B.5 分析步骤

B.5.1 样品制备

称取 0.5 g 样品，精确至 0.1 mg，放入螺口刻度试管（带密封盖），加入 10 mL 萃取溶剂（B.3.1）并密封试管，置于超声波水浴装置中，在 60 °C 水温下超声萃取 60 min。萃取完成后，取出刻度试管冷却至室温并混合均匀，得到的试样溶液可依据其实际情况直接进样，或者用萃取溶剂（B.3.1）稀释后用于测试。

移取 1 mL 待测液，加入 100 μ L 内标物混合溶液（B.3.4）混匀后进行气相色谱-质谱分析。

注 1：高浓度样品可进行两次萃取测试。

注 2：如果试样溶液中有颗粒物，取一部分试液经 0.45 μ m 有机系微孔滤膜过滤后用于检测分析。

B.5.2 内标标准曲线的绘制

对混合标准溶液（B.3.5）进行气相色谱-质谱分析，以待测物的质量浓度为横坐标、待测物 and 对应内标物峰面积的比值为纵坐标作图，可得一条通过原点的直线，即内标标准曲线。

B.5.3 气相色谱-质谱分析条件

由于测试结果取决于所使用的仪器，因此不可能给出仪器分析的普适参数，可参考的仪器条件如下：

- a) 色谱柱：5% 苯基-甲基硅氧烷毛细管柱，30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m；
- b) 进样口温度：280 °C；
- c) 柱温：程序升温，50 °C 保持 2 min，然后以 20 °C/min 升至 200 °C 再以 8 °C/min 升至 300 °C 保持 5.5 min；
- d) 质谱接口温度：280 °C；
- e) 离子源温度：270 °C；
- f) 电离方式：EI；
- g) 电离能量：70 eV；
- h) 质量扫描范围：45 aum \sim 350 aum；
- i) 测试方式：选择离子监测（SIM）；
- j) 进样方式：不分流进样；
- k) 载气：氦气（纯度 \geq 99.999%），流量为 1.0 mL/min；
- l) 进样量：1.0 μ L；
- m) 溶剂延迟：5 min。

B.5.4 定性及定量分析

根据各实验室仪器所适合的分析条件对混合标准溶液及待测液进行分析，根据色谱峰的保留时间和特征离子的相对丰度进行定性分析。以下条件可用于判定样品中是否含有多环芳烃：

- a) 样品中目标物保留时间与标液中目标物保留时间的偏差在 \pm 0.5%或 \pm 0.1 min 范围内；
- b) 特征离子在标液中目标物的保留时间处出峰；
- c) 特征离子的相对丰度与标液中目标物的相对丰度一致（相对丰度 $>$ 50%，允许 \pm 10% 的偏差；

相对丰度 20%~50% 之间, 允许±15% 的偏差; 相对丰度 10%~20% 之间, 允许±20% 的偏差; 相对丰度≤10%, 允许±50% 的偏差)。

定量分析参考表 B.1 中的定量离子, 采用内标法定量。

表 B.1 18种多环芳烃与内标物定性参考离子和定量选择离子

| 序号 | 多环芳烃名称 | CAS 号 | 化学分子式 | 特征离子碎片/amu | |
|----|---------------|-----------|---------------------------------|-------------|--------|
| | | | | 定性参考离子 | 定量选择离子 |
| 1 | 八氘代萘(内标1) | 1146-65-2 | C ₁₀ D ₈ | 108、136、137 | 136 |
| 2 | 萘 | 91-20-3 | C ₁₀ H ₈ | 127、128、129 | 128 |
| 3 | 蒽烯 | 208-96-8 | C ₁₂ H ₈ | 151、152、153 | 152 |
| 4 | 蒽 | 83-32-9 | C ₁₂ H ₁₀ | 152、153、154 | 153 |
| 5 | 芴 | 86-73-7 | C ₁₃ H ₁₀ | 165、166、167 | 166 |
| 6 | 菲 | 85-01-8 | C ₁₄ H ₁₀ | 176、178、179 | 178 |
| 7 | 蒽 | 120-12-7 | C ₁₄ H ₁₀ | 176、178、179 | 178 |
| 8 | 荧蒽 | 206-44-0 | C ₁₆ H ₁₀ | 101、202、203 | 202 |
| 9 | 十氘代芘(内标2) | 1718-52-1 | C ₁₆ D ₁₀ | 106、212、213 | 212 |
| 10 | 芘 | 129-00-0 | C ₁₆ H ₁₀ | 101、202、203 | 202 |
| 11 | 苯并[a]蒽 | 56-55-3 | C ₁₈ H ₁₂ | 226、228、229 | 228 |
| 12 | 蒽 | 218-01-9 | C ₁₈ H ₁₂ | 226、228、229 | 228 |
| 13 | 苯并[b]荧蒽 | 205-99-2 | C ₂₀ H ₁₂ | 126、252、253 | 252 |
| 14 | 苯并[k]荧蒽 | 207-08-9 | C ₂₀ H ₁₂ | 126、252、253 | 252 |
| 15 | 苯并[j]荧蒽 | 205-82-3 | C ₂₀ H ₁₂ | 126、252、253 | 252 |
| 16 | 苯并[a]芘 | 50-32-8 | C ₂₀ H ₁₂ | 126、252、253 | 252 |
| 17 | 苯并[e]芘 | 192-97-2 | C ₂₀ H ₁₂ | 125、252、253 | 252 |
| 18 | 十二氘代芘(内标3) | 1520-96-3 | C ₂₀ D ₁₂ | 260、264、265 | 264 |
| 19 | 茚并[1,2,3-cd]芘 | 193-39-5 | C ₂₂ H ₁₂ | 138、276、277 | 276 |
| 20 | 二苯并[a,h]蒽 | 53-70-3 | C ₂₂ H ₁₄ | 139、278、279 | 278 |
| 21 | 苯并[g,h,i]芘 | 191-24-2 | C ₂₂ H ₁₂ | 138、276、277 | 276 |

B.5.5 空白试验

除不加试样外, 均按照上述分析步骤进行。

B.5.6 结果计算

按式 (B.1) 计算待测液中每种多环芳烃的浓度:

$$c_i = \frac{1}{K_i} \times \frac{A_i}{A_s} \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

c_i ——待测液中第 i 种多环芳烃的浓度, 单位为毫克每升 (mg/L);

K_i ——第 i 种多环芳烃内标标准曲线的斜率;

A_i ——待测液中第 i 种多环芳烃的峰面积;

A_s ——待测液中第 i 种多环芳烃所对应内标物的峰面积。

按式 (B.2) 计算试样中每种多环芳烃的含量:

$$\omega_i = \frac{(c_i - c_{0i}) \times V \times f}{m} \quad \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

ω_i —— 试样中第 i 种多环芳烃的含量, 单位每毫克每千克 (mg/kg);

c_i —— 待测液体中第 i 种多环芳烃的浓度, 单位为毫克每升 (mg/L);

c_{0i} —— 空白试样中第 i 种多环芳烃的浓度, 单位为毫克每升 (mg/L);

V —— 待测液的体积, 单位为毫升 (mL);

f —— 待测液的稀释因子;

m —— 试样的质量, 单位为克 (g);

按式 (B.2) 计算得到的每种多环芳烃的含量加和即得到试样中 18 种多环芳烃总和。

B.5.7 检出限

本方法单个多环芳香烃化合物的参考检出限为 0.1 mg/kg。

B.5.8 精密度

同一实验室相同条件下, 在短时间内对同一被测对象, 两次独立测定结果的绝对差值不应大于其算术平均值的 15%。

附 录 C
(规范性附录)
有害物质释放量的测试 小型环境测试舱法

C.1 概述

本附录规定了用小型环境测试舱测定合成材料面层有害物质释放量的方法。

C.2 原理

将试样置于指定温度、湿度和通风条件的环境测试舱中，经过一定的平衡时间之后通过检测舱内空气中有害物质浓度确定试样的有害物质释放量。

C.3 小型环境测试舱

小型环境测试舱由有效容积为60 L的密封舱、空气净化系统、空气温湿度调节控制系统、空气温湿度监控系统、空气流量调节控制装置、空气采样系统等部分组成。如图 C.1所示。

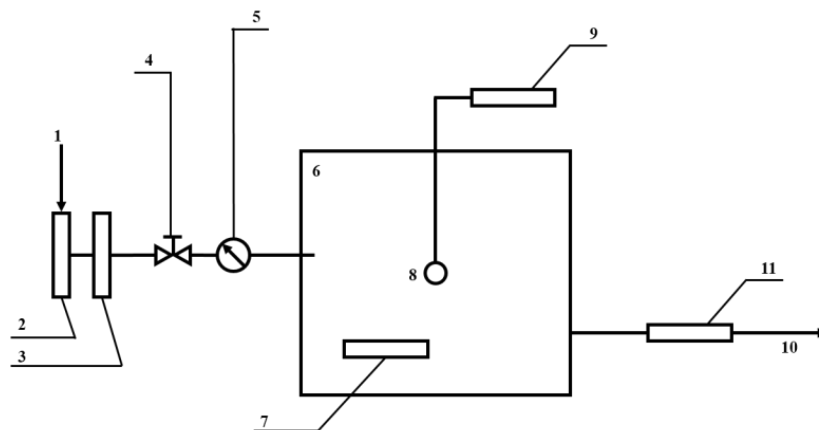


图 C.1 小型环境测试舱示意图

说明：

- 1——空气进气口；
- 2——空气过滤器；
- 3——空气温湿度调节系统；
- 4——空气气流调节器；
- 5——空气流量调节器；
- 6——密封舱；
- 7——气流速度和空气循环的控制装置；
- 8——温度和湿度传感器；

- 9 —— 温度和湿度的监测系统;
- 10 —— 排气口;
- 11 —— 空气取样的集气管。

C.4 环境测试舱内试验条件

环境测试舱内试验条件如下:

- 空气温度 $(60 \pm 2) ^\circ\text{C}$;
- 空气相对湿度 $(5 \pm 2) \%$;
- 空气交换速率 $(1 \pm 0.01) \text{ h}^{-1}$;
- 试样表面空气流速 $0.1 \text{ m/s} \sim 0.3 \text{ m/s}$;
- 材料/舱载荷比 $0.4 \text{ m}^2/\text{m}^3$ 。

C.5 试样的制备

C.5.1 受检试样到达实验室后试样应存放在温度 $(25 \pm 5) ^\circ\text{C}$ 的室内环境带包装保存, 并应尽快检验。

C.5.2 试样制备时, 试验环境保持清洁通风, 避免试样被污染。

C.5.3 合成材料面层试样应从距样品边缘至少 20 mm 处按要求的面积截取, 并将试样的人为切割表面及底面用铝箔包覆。

C.5.4 以试样的上表面曝露面积进行计算, 保证其材料/舱负荷比为 $0.4 \text{ m}^2/\text{m}^3$ 。

C.5.5 试样制备后应将其置于温度 $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$, 相对湿度 $(50 \pm 10) \%$ 的无污染环境中进行 24 h 的预平衡, 之后置于环境测试舱内进行测试。

C.6 测试步骤

C.6.1 环境测试舱的准备

C.6.1.1 试验前对环境测试舱进行清洗。首先用碱性清洗剂 (pH 值 ≥ 7.5) 清洗舱内壁, 再用去离子水或蒸馏水擦洗舱内壁, 敞开舱门, 开启风扇至舱体风干。

C.6.1.2 在环境测试舱运行六次换气之后, 通过空气采样检测环境测试舱的背景浓度。

C.6.1.3 当舱内甲醛背景浓度不大于 $6 \mu\text{g}/\text{m}^3$, 总挥发性有机化合物 (TVOC) 背景浓度不大于 $50 \mu\text{g}/\text{m}^3$, 其他单一污染物本底浓度不大于 $5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ 时方可进行进一步测试。

C.6.2 试样的平衡

C.6.2.1 将按C.5制备的试样放入环境测试舱居中位置，散发面应水平向上，使空气气流均匀地从试件表面通过，并迅速关闭环境测试舱舱门开始试验。

C.6.2.2 以试件放入环境测试舱的时刻为 0 时刻计。

C.6.3 舱内空气采样分析

C.6.3.1 试样在环境测试舱内平衡（ 24 ± 1 ）h 之后进行舱内空气采样分析。

C.6.3.2 按照表C.1规定的先后次序进行舱内空气采样，采样流速不应大于环境舱供给气流的80%。

C.6.3.3 舱内空气采样及分析方法见表C.1。

表 C.1 环境测试舱内空气采样及分析方法

| 采样次序 | 有害物质 | 采样及分析方法 ^a |
|--|------------------------------|----------------------------|
| 1 | 总挥发性有机化合物（TVOC） ^b | ISO 16000-6 |
| | 苯 | |
| | 甲苯、二甲苯、乙苯总和 | |
| | 苯乙烯 | |
| 2 | 二硫化碳 | C.7 |
| 3 | 甲醛 ^c | GB/T 18204.2 或 ISO 16000-3 |
| <p>^a 当采用吸附管法采集环境舱内空气中的污染物时，应保证吸附管与环境舱的出气口直接相连，不应使二者之间存在连接管，以避免待测物在连接管中的吸附和冷凝；当采用吸收瓶法采集甲醛时，应使吸收瓶与环境舱出口之间连接管的长度尽量短，传输管应采用聚四氟乙烯或硅胶等惰性材质，而且最长不超过 30 cm。由于本方法为 60 °C 条件下的高温采样，实验室应关注所采用的吸附管的吸附能力和吸附容量，关注低沸点污染物在吸附管中穿透的可能性，必要时采用串联吸附管的方式进行采样。</p> <p>^b 总挥发性有机化合物（TVOC）除苯、甲苯、对（间）二甲苯、邻二甲苯、苯乙烯、乙苯、乙酸丁酯、十一烷</p> | | |

C.7 空气中二硫化碳的热解吸测试方法

C.7.1 原理

用活性炭管采集环境舱空气中的 CS₂，然后用热解吸仪解吸，用气相色谱仪或气相色谱-质谱联用仪分析，保留时间定性，峰面积定量。

C.7.2 仪器设备

C.7.2.1 活性炭采样管

用与热解吸匹配的不锈钢管，装入200 mg活性炭，两端用少量玻璃棉固定，装好后的管用纯氮气于300 °C~350 °C 温度条件下吹扫 1 h，然后套上塑料帽封紧管的两端，干燥器中可保存5 d。

C.7.2.2 恒流大气采样器

流量范围 0.02 L/min~0.5 L/min，流量稳定，使用时用流量计校准采样系统在采样前和采样后的流量。流量误差小于5%。

C.7.2.3 气相色谱仪

配备火焰光度检测器（394 nm 硫滤光片）、质谱检测器或其他合适检测器。

C.7.3 采样和样品保存

在采样地点打开活性炭采样管，使其与环境舱出气口直接相连，以0.2 L/min~0.5 L/min的流速，抽取 1 L~10 L 舱内空气。采样后，将管的两端套上塑料帽，记录采样时的温度和大气压力，尽快拿到实验室分析。

C.7.4 分析步骤

C.7.4.1 样品解吸条件

可参考的解吸条件如下：

- a) 解吸温度：300 °C；
- b) 解吸时间：10 min；
- c) 解吸气流量：30 mL/min~50 mL/min；
- d) 冷阱制冷温度：2 °C；
- e) 冷阱加热温度：280 °C。

C.7.4.2 色谱分析条件

可参考的色谱分析条件如下：

- a) 色谱柱：DB-5，60 m×0.25 mm×0.25 μm 毛细管柱或其他等效色谱柱；
- b) 升温程序：初始温度 50 °C 保持 5 min，以 25 °C/min 的速率升至 250 °C，保持 10 min；
- c) 进样口温度：250 °C；
- d) 其它仪器条件根据使用的检测器的不同自行确认。

C.7.4.3 标准曲线的绘制

标准曲线的绘制分为气体外标法和液体外标法。

- a) 气体外标法

用泵准确抽取浓度约 10 mg/m³的标准气体，100 mL、200 mL、400 mL、1 L、2 L 通过吸附管，为标准系列。

b) 液体外标法

用液体外标法制备注射装置分别取 0.5 μL~10 μL,含液体组分约 2000 mg/L的标准溶液注入活性炭吸附管，同时用100 mL/min的惰性气体通过活性炭吸附管，5 min后取下吸附管密封，为标准系列。

二硫化碳标准溶液配制的参考步骤：在 25 mL 容量瓶中加入无水乙醇（或甲醇）约 15 mL，盖塞称重（精确至 0.1 mg），然后加入二硫化碳（色谱纯）约 50 mg（精确至 0.1 mg）。用无水乙醇（或甲醇）稀释至标线，计算其中二硫化碳的准确浓度。

C.7.4.4 样品分析

每支样品吸附管按绘制标准曲线的操作步骤进行分析。

C.8 结果的计算

C.8.1 舱内有害物质浓度的标准化

所采空气样品中各组分有害物质浓度按式（C.1）换算成标准状态下的浓度：

$$C_{si} = C_i \times \frac{101.3}{P} \times \frac{t+273}{273} \quad \dots \dots \dots (C.1)$$

式中：

C_{si} ——标准状态下所采空气样品中 i 组分的浓度，单位为毫克每立方米（mg/m³）；

C_i ——所采空气样品中 i 组分的浓度，单位为毫克每立方米（mg/m³）；

P ——采样时采样点的大气压力，单位为千帕（kPa）；

t ——采样时采样点的温度，单位为摄氏度（℃）。

C.8.2 有害物质释放量

有害物质 i 释放量按式（C.2）进行计算。

$$EF_i = \frac{C_{si} \times V \times ACH}{S} \quad \dots \dots \dots (C.2)$$

式中：

EF_i ——试样的有害物质 i 释放量，单位为毫克每平方米时（mg/（m²·h））；

C_{si} ——标准状态下环境舱内 i 组分浓度，单位为毫克每立方米（mg/m³）

ACH——环境舱换气速率，单位为次每时（次/h）；

S ——材料试样的释放表面积，单位为平方米（m²）；

V ——环境舱的内体积，单位为立方米（m³）。

C.9 检出限

按上述方法测试总挥发性有机化合物 (TVOC)，苯，甲苯、二甲苯和乙苯总和，二硫化碳，甲醛的 释 放量，其检出限不应大于该项指标的 1/10，由实验室确定。

附 录 D
(规范性附录)
气味评定

D.1 试验装置和评定小组

D.1.1 测试瓶：测试瓶的容量为 1 L。带有可密闭的盖子，在室温或 60 °C 下应是无气味的。

D.1.2 恒温箱：空气循环型，温度波动不大于±2 °C。

D.1.3 气味评定实验室应符合 HJ 865-2017 的建设要求，并要求环境无气味。

D.1.4 气味评定小组：为了获得一致的数据，气味评定小组应由不少于 5 名，年龄在 18 岁~45 岁，不吸烟、嗅觉器官无疾病，并经嗅觉检测，具有气味评定资质的气味评定人员组成。评定当天，气味评定人员不应携带和使用带气味的香料、化妆品或护肤品，不应食用有刺激气味的食物。患感冒或嗅觉器官不适的气味评定人员不应参加当天的测定。

D.2 样品制备

对于合成材料面层成品，从距样品边缘至少 20 mm 处截取规格为 20 mm×50 mm×实际厚度的试样，用铝箔包覆试样的侧面及底面；对于人造草面层填充颗粒，直接取样 20 g。

D.3 气味评定

将取好的样品放入 1 L 的测试瓶内，测试瓶在 60 °C 恒温箱中保持 2 h，待冷却到室温进行气味评定，测试瓶从恒温箱中取出到评定应在 0.5 h 内完成。

评定时，气味评定人员应把鼻子靠近测试瓶口，然后移去盖子，立即吸入瓶内气体。如果需要重复测试，应在容器被再次打开前关闭 2 min。每个测试瓶内的气体样品最多可供 3 名气味评定人员进行测试；每个气味评定人员只能对一组气味评定试验进行一次气味评定。

为了避免适应性效应，气味评定人员应在 2 次测定间暂停不少于 2 min。为避免嗅觉疲劳，1 h 内连续测定次数不应超过 5 次。

D.4 气味评定等级

气味评定人员评定及记录样品气味等级。气味等级见表 D.1。

表 D.1 气味等级

| 等级级别 | 状态描述 |
|------|--------------|
| 1 级 | 无气味 |
| 2 级 | 气味轻微，但可感觉到 |
| 3 级 | 有气味，但无强烈的不适性 |
| 4 级 | 强烈的不适气味 |
| 5 级 | 有刺激性不适气味 |

D.5 结果表述

气味评定等级尽量用整数表示，必要时也可使用半数表示。

某个评定结果与所有评定结果中位数相差 1.5 或更多，则为无效评定结果；如果存在两个或两个以上无效评定结果，或者有效评定结果少于 5 个，则应重新进行评定。

取所有有效评定结果的中位数作为气味评定等级值，结果保留至小数点后一位。

附录 E (规范性附录)

挥发性有机化合物含量的测试 顶空进样-气相色谱法

E.1 范围

本附录规定了学校运动场地塑胶面层固体原料中挥发性有机化合物的测试方法。

E.2 原理

试样经称重后，通过顶空进样和气相色谱-质谱分析技术使样品中各种挥发性有机化合物释放、分离，以甲苯的响应值用外标法测试样品中挥发性有机化合物含量。

E.3 材料和试剂

E.3.1 载气：氦气，纯度 $\geq 99.995\%$ 。

E.3.2 辅助气体（隔垫吹扫和尾吹气）：与载气具有相同性质的氦气。

E.3.3 校准化合物

E.3.4 本标准中校准化合物为甲苯，纯度至少为 99%（色谱纯）。

E.3.5 标记物：用于按挥发性有机化合物定义区分VOC组分与非VOC组分的化合物。本标准中为正己烷和正十六烷。

E.3.6 稀释溶剂：二硫化碳，纯度至少为 99%（色谱纯）。

E.4 仪器设备

E.4.1 气相色谱仪，具有以下配置：

E.4.1.1 程序升温控制器。

E.4.1.2 检测器：已校准并调谐的质谱仪或其它质量选择检测器。

E.4.1.3 色谱柱：100%聚二甲基硅氧烷毛细管柱或6%腈丙苯基/94%聚二甲基硅氧烷毛细管柱。

E.4.2 顶空进样器，具有以下配置：气密针进样方式、平衡式加压系统、定量环加压系统。所有气体通路应保证有相应的温度控制系统。

E.4.3 顶空瓶：约 20 mL 的玻璃瓶，具有可密封的瓶盖。

E.4.4 微量注射器：10 μL 。

E.4.5 配样瓶：10 mL。

E.4.6 天平：精度 0.1 mg。

E.5 气相色谱-质谱测试条件

E.5.1 色谱条件

- a) 色谱柱（基本柱）：100%聚二甲基硅氧烷毛细管柱 6% 腈丙苯基/94% 聚二甲基硅氧烷毛细管柱，30 m×0.32 mm×0.25 μm；
- b) 进样口温度：260 ℃；
- c) 检测器：质量选择检测器（MSD）；
- d) 柱温：程序升温，初始温度 50 ℃，停留 2 min，以 10 ℃/min 升至 220 ℃，再以 5 ℃/min 升至 260 ℃保持 4 min；
- e) 离子源温度：280 ℃；
- f) 传输线温度：300 ℃；
- g) 柱流量：1 ml/min；
扫面范围是 50-500 m/z；
- h) 分流比：1：20，分流比可调。

注：也可根据所用气相色谱仪的性能及待测试样的实际情况选择最佳的气相色谱-质谱测试条件。

E.6 顶空进样器条件

E.6.1 顶空条件

- a) 温度：炉温150 ℃，平衡15 min；定量环150 ℃；传输线160 ℃；
- b) 时间：加压时间 10 秒；气体压出 16 秒；进样时间 5 秒；
- c) 压力：载气压力12.3 psi；瓶压23.2 psi。

E.7 测试步骤

E.7.1 样品预处理

按照本标准5.3.1的方法对样品进行预处理操作。

E.7.2 标准化及定量方式

E.7.2.1 按E.5中的色谱条件，在每次进行标准化时需要用已知的校准化合物对其优化处理，使仪器的灵敏度、稳定性和分离效果处于最佳状态。

E.7.2.2 校准

校准样品的配制：称取一定量的甲苯（E.3.3，精确 0.1 mg）至配样瓶（E.4.5）中，用稀释溶剂（E.3.6）进行定容并摇匀，逐级配制标准曲线浓度为 0 mg/L，100 mg/L，500 mg/L，1000 mg/L，2000 mg/L，2500 mg/L，用微量注射器（E.4.4）分别取 2 μL 注入顶空瓶（E.4.3）中，密封用相同的顶空及气相色谱质谱参数进行测试，以标准样品加入质量作为横坐标，标准样品峰面积作为纵坐标，绘制标准曲线。

E.7.3 挥发性有机化合物含量的测定

E.7.3.1 取一定质量（约为50 mg）的预处理样品（E.7.1）放入顶空瓶后密封，记录称样质量，精确至 0.1mg。

E.7.3.2 将顶空瓶（E.4.3）放置于顶空进样器，等待进样。

E.7.3.3 按校准时的最优化条件设定仪器参数。

E.7.3.4 将标记物 (E.3.5) 注入气相色谱仪中, 记录其在聚二甲基硅氧烷毛细管柱或6%腈丙苯基/94%聚二甲基硅氧烷毛细管柱上的保留时间, 以便确定色谱图中的积分区域。

E.8 计算

E.8.1 按下列公式 (E.1) 计算VOC释放量:

$$VOC = \frac{C_{\text{总}} - b}{a \times m} \dots\dots\dots (E.1)$$

式中:

V —— 测试试样中 VOC 释放量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

$C_{\text{总}}$ —— 积分区域内峰面积总和;

b —— 标准曲线截距;

a —— 标准曲线斜率;

m —— 样品称样量, 单位为克 (g)。

E.9 检出限

以最小分析信号标准偏差的 3 倍作为检出限, 以样品量 50 mg 计算, 本方法挥发性有机化合物含量的检出限为 1mg/kg。

附录 F (规范性附录)

短链氯化石蜡 (C₁₀-C₁₃) 含量的测试 气相色谱-电子捕获负化学电离源质谱法

F.1 概述

本附录规定了用气相色谱-质谱法测定合成材料面层成品及其原料中短链氯化石蜡 (C₁₀-C₁₃) 的含量方法。

F.2 原理

样品采用正己烷或其他合适的溶剂作为萃取溶剂进行超声萃取, 所得试样溶液经浓硫酸净化处理后, 用气相色谱-电子捕获化学电离源质谱仪进行定性定量分析。

本方法详细给出了内标法定量的测试步骤, 实验室也可以经方法确认后采用外标法进行定量分析。

F.3 试剂和材料

F.3.1 萃取溶剂

正己烷或其他合适的溶剂, 分析纯。

F.3.2 内标标准物质

可选用 ε-六六六 (CAS 编号: 6108-10-7, 100 mg/L)、1, 1, 1, 3, 10, 11-六氯十一烷 (CAS 编号: 601523-28-8, 100 mg/L), 或其他合适的内标物质。

F.3.3 短链氯化石蜡 (C₁₀-C₁₃) 标准储备溶液

51.5% 平均氯化度, 100 mg/L。

55.5% 平均氯化度, 100 mg/L。

63.0% 平均氯化度, 100 mg/L。

F.3.4 浓硫酸

分析纯。

F.4 仪器和设备

F.4.1 气相色谱-质谱联用仪: 配有电子捕获负化学电离源。

F.4.2 超声波发生器。

F.4.3 电子天平: 精确度 0.1 mg。

F.4.4 离心机: 转速 5000 r/min~20000 r/min。

F.5 分析步骤

F.5.1 短链氯化石蜡 (C₁₀-C₁₃) 标准工作溶液

将平均氯化度为 51.5%、55.5% 和 63.0% 的短链氯化石蜡 (C₁₀-C₁₃) 标准溶液等比例混合, 充分混匀后, 用萃取溶剂 (F.3.1) 将其配制成 5 mg/L、10 mg/L、15 mg/L、20 mg/L、25 mg/L、50 mg/L

的系列标准工作溶液，其中内标浓度为 5 mg/L。根据需要可配制成其他合适的浓度。

F.5.2 超声波萃取

称取约 0.5 g 样品，精确至 0.1 mg，放入于螺口刻度试管（带密封盖），加入 1 mL 内标（F.3.2）和 9 mL 萃取溶剂（F.3.1），用超声波发生器在 60 °C 水温下超声萃取 60 min，摇匀冷却后待处理。

注 1：高浓度样品可进行两次萃取测试。

注 2：如果试样溶液中有颗粒物质，取一部分试液经 0.45 μm 有机系微孔滤膜过滤后用于检测分析。

F.5.3 净化

取 5 mL 试样溶液于玻璃管，并加入 5 mL 98% 浓硫酸，混匀并用离心机分离，收集上层有机溶液。重复以上操作直至下层酸溶液澄清或至白色，此过程不超过五次。

此溶液可依据其实际情况直接进样，或者用萃取溶剂（F.3.1）稀释后测试。

F.5.4 气相色谱-质谱分析条件

由于测试结果取决于所使用的仪器，因此不可能给出仪器分析的普适参数，可参考的仪器条件如下：

- a) 色谱柱：DB-5MS 毛细管柱，30 m×0.25 mm×0.1 μm，或其他具有相当性质的毛细管柱；
- b) 进样口温度：300 °C；
- c) 柱温：程序升温，80 °C 保持以 40 °C/min 升至 300 °C 保持 5 min；
- d) 质谱接口温度：280 °C；
- e) 离子源温度：200 °C；
- f) 质量扫描范围：50 amu~550amu；
- g) 进样方式：不分流进样；
- h) 电离方式：电子捕获负化学源电离（ECNI）；
- i) 载气：氦气（99.999%），流量为 2.0 mL/min；
- j) 反应气：甲烷，流速为 1.5 mL/min；
- k) 进样量：1.0 μL；
- l) 溶剂延迟：2.0 min。

F.5.5 试验

分别取 1 μL 标准工作溶液与试样溶液注入色谱仪，按分析条件操作。通过比较试样与标样的保留时间及特征离子进行定性或定量分析。

F.5.6 定性定量分析

根据各实验室仪器所适合的分析条件对标准溶液及试样溶液进行分析，根据色谱峰的保留时间和特征离子的相对丰度进行定性分析，在确认是短链氯化石蜡（C₁₀-C₁₃）的条件下，采用定量离子进行定量分析。

定量分析参考表 F.1 中的定量离子，采用内标法定量。

表 F.1 短链氯化石蜡 (C₁₀-C₁₃) 的定性参考离子和定量选择离子

| 序号 | 分子式 | 特征离子碎片/amu | |
|----|--|------------|--------|
| | | 定性参考离子 | 定量选择离子 |
| 1 | C ₁₀ H ₁₇ Cl ₅ | 279 | 277 |
| 2 | C ₁₀ H ₁₆ Cl ₆ | 315 | 313 |
| 3 | C ₁₀ H ₁₅ Cl ₇ | 349 | 347 |
| 4 | C ₁₀ H ₁₄ Cl ₈ | 383 | 381 |
| 5 | C ₁₀ H ₁₃ Cl ₉ | 417 | 415 |
| 6 | C ₁₀ H ₁₂ Cl ₁₀ | 451 | 449 |
| 7 | C ₁₁ H ₁₉ Cl ₅ | 291 | 293 |
| 8 | C ₁₁ H ₁₈ Cl ₆ | 329 | 327 |
| 9 | C ₁₁ H ₁₇ Cl ₇ | 363 | 361 |
| 10 | C ₁₁ H ₁₆ Cl ₈ | 397 | 395 |
| 11 | C ₁₁ H ₁₅ Cl ₉ | 431 | 429 |
| 12 | C ₁₁ H ₁₄ Cl ₁₀ | 465 | 463 |
| 13 | C ₁₂ H ₂₁ Cl ₅ | 305 | 307 |
| 14 | C ₁₂ H ₂₀ Cl ₆ | 343 | 341 |
| 15 | C ₁₂ H ₁₉ Cl ₇ | 377 | 375 |
| 16 | C ₁₂ H ₁₈ Cl ₈ | 411 | 409 |
| 17 | C ₁₂ H ₁₇ Cl ₉ | 445 | 443 |
| 18 | C ₁₂ H ₁₆ Cl ₁₀ | 477 | 479 |
| 19 | C ₁₃ H ₂₃ Cl ₅ | 319 | 321 |
| 20 | C ₁₃ H ₂₂ Cl ₆ | 357 | 355 |
| 21 | C ₁₃ H ₂₁ Cl ₇ | 391 | 389 |
| 22 | C ₁₃ H ₂₀ Cl ₈ | 425 | 423 |
| 23 | C ₁₃ H ₁₉ Cl ₉ | 457 | 459 |
| 24 | C ₁₃ H ₁₈ Cl ₁₀ | 491 | 493 |

F.5.7 空白试验

除不加试样外，均按上述分析步骤进行。

F.5.8 结果计算

按式 (F.1) 计算待测液中短链氯化石蜡 (C₁₀-C₁₃) 的浓度：

$$c = \frac{1}{L} \times \frac{A}{A_s} \dots\dots\dots (F.1)$$

式中：

c ——待测液中短链氯化石蜡 (C₁₀-C₁₃) 的浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；

L ——短链氯化石蜡 (C₁₀-C₁₃) 内标标准曲线的斜率；

A ——待测液中短链氯化石蜡（C₁₀-C₁₃）的峰面积；

A_s ——待测液中短链氯化石蜡（C₁₀-C₁₃）内标物的峰面积。

式（F.2）计算试样中短链氯化石蜡（C₁₀-C₁₃）的含量：

$$\omega = \frac{(c-c_0) \times V \times f}{m \times 1000} \dots\dots\dots (F.2)$$

式中：

ω —— 试样中短链氯化石蜡（C₁₀-C₁₃）的含量，单位为克每千克（g/kg）；

c —— 待测液体中短链氯化石蜡（C₁₀-C₁₃）的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

c_0 —— 空白试样中短链氯化石蜡（C₁₀-C₁₃）的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V —— 待测液的体积，单位为毫升（mL）；

f —— 待测液的稀释因子；

m —— 试样的质量，单位为克（g）。

F.6 检出限

本方法短链氯化石蜡（C₁₀-C₁₃）含量的参考检出限为 0.1 g/kg。

F.7 精密度

同一实验室相同条件下，在短时间内对同一被测对象，两次独立测定结果的绝对差值不应大于其算术平均值的 15%。

附录 G (规范性附录)

4,4'-二氨基-3,3'-二氯二苯甲烷 (MOCA) 含量的测试

G.1 概述

本附录规定了用气相色谱-质谱法和高效液相色谱法测定合成材料面层中 MOCA 含量的方法,其中气相色谱-质谱法为仲裁法。

G.2 方法一: 气相色谱-质谱法 (仲裁法)

G.2.1 原理

用适当的溶剂萃取试样, 萃取液经过滤后加入葱—d₁₀ 作为内标物, 取适量样液用气相色谱-质谱联用仪进行分析, 用内标法计算试样溶液中 MOCA 的含量。

本方法详细给出了内标法定量的测试步骤, 实验室也可以经方法确认后采用外标法进行定量分析。

G.2.2 材料和试剂

G.2.2.1 萃取溶剂

丙酮或其他合适的溶剂, 分析纯。

G.2.2.2 内标溶液

用萃取溶剂 (G.2.2.1) 将葱—d₁₀ (CAS 编号: 1719-06-8) 配制成浓度约为 50 mg/L 的内标溶液。

G.2.2.3 MOCA (CAS编号: 101-14-4) 标准样品

纯度 ≥ 99 % 或已知纯度。

G.2.2.4 标准工作溶液

用萃取溶剂 (G.2.2.1) 将 MOCA (G.2.2.3) 配制成 5 mg/L、10 mg/L、25 mg/L、50 mg/L 的标准工作溶液。

注: 标准工作溶液现配现用, 根据需要可配制成其它合适的浓度。

G.2.2.5 混合标准溶液

移取 1 mL 标准溶液 (G.2.2.4), 加入 100 μL 内标物溶液 (G.2.2.2), 配制成混合标准溶液。

G.2.3 仪器设备

G.2.3.1 气相色谱-质谱联用仪。

G.2.3.2 超声波发生器。

G.2.3.3 电子天平: 精确度 0.1 mg。

G.2.4 分析步骤

G.2.4.1 样品制备

称取 0.5 g 样品，精确至 0.1 mg，放入螺口刻度试管（带密封盖），加入 10 mL 萃取溶剂（G.2.2.1）并密封试管，置于超声波发生器（G.2.3.2）中，超声萃取 60 min。萃取完成后，取出刻度试管冷却至室温并混合均匀。此试样溶液可依据其实际情况直接进样，或者用萃取溶剂（G.2.2.1）稀释后进行分析。

移取 1 mL 上述待测液至色谱配样瓶中，加入 100 μ L 内标溶液（G.2.2.2）混匀后进行气相色谱-质谱分析。

注 1：高浓度样品可进行两次萃取测试。

注 2：如果试样溶液中有颗粒物质，取一部分试液经 0.45 μ m 有机系微孔滤膜过滤后用于检测分析。

G.2.4.2 内标标准曲线的绘制

对混合标准溶液（G.2.2.5）进行气相色谱-质谱分析，以待测物的质量浓度为横坐标、MOCA 和对应内标物峰面积的比值为纵坐标作图，可得一条通过原点的直线，即内标标准曲线。

G.2.4.3 气相色谱-质谱分析条件

由于测试结果取决于所使用的仪器，因此不可能给出仪器分析的普适参数，可参考的仪器条件如下：

- a) 色谱柱（基本柱）：聚二甲基硅氧烷毛细管柱，30 m \times 0.32 mm \times 1.0 μ m；
- b) 进样口温度：250 $^{\circ}$ C；
- c) 柱温：程序升温，35 $^{\circ}$ C 保持 4 min，然后以 8 $^{\circ}$ C/min 升至 300 $^{\circ}$ C 保持 10 min；
- d) 质谱接口温度：270 $^{\circ}$ C；
- e) 离子源温度：230 $^{\circ}$ C；
- f) 质量扫描范围：35 amu \sim 350 amu；
- g) 进样方式：不分流进样；
- h) 载气：氦气（纯度 \geq 99.999%），流量为 1.0 mL/min；
- i) 进样量：1.0 μ L；
- j) 离子化方式：EI；
- k) 离子化电压：70 eV；
- l) 溶剂延迟：3.0 min。

G.2.4.4 定性定量分析

分别取 1 μ L 标准工作溶液（G.2.2.4）与试样溶液按 G.2.4.3 条件进行气相色谱-质谱分析。通过比较试样与标样的保留时间及特征离子进行定性。必要时，选用另外一种或多种方法对异构体进行确认。

移取 1 mL 稀释后的试样溶液，加入 100 μ L 内标溶液（G.2.2.2）混匀后待测。然后分别取 1 μ L 混合标准溶液（G.2.2.5）与待测溶液按 G.2.4.3 条件进行气相色谱-质谱分析，选用选择离子方式进行定量。

定量分析可参考表 G.1 中的定量离子。

表 G.1 MOCA与内标物的定性参考离子和定量选择离子

| 序号 | 化合物名称 | CAS 编号 | 化学分子式 | 特征离子碎片/amu | |
|----|-------------------|-----------|--|------------|--------|
| | | | | 定性参考离子 | 定量选择离子 |
| 1 | MOCA | 101-14-4 | C ₁₃ H ₁₂ C ₁₂ N ₂ | 266、98 | 231 |
| 2 | 蒎-d ₁₀ | 1719-06-8 | C ₁₄ D ₁₀ | 189、94 | 188 |

G.2.4.5 空白试验

除不加试样外，均按照上述分析步骤进行。

G.2.5 结果计算

按式 (G.1) 计算待测液中 MOCA 的浓度：

$$c = \frac{A}{L \cdot A_s} \cdot c_0 \quad \text{..... (G.1)}$$

式中：

c ——待测液中 MOCA 的浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；

L ——MOCA 内标标准曲线的斜率；

A ——待测液中 MOCA 的峰面积；

A_s ——待测液中 MOCA 内标物的峰面积。

按式 (G.2) 计算试样中 MOCA 的含量：

$$\omega = \frac{(c - c_0) \times V \times f}{m \times 1000} \quad \text{..... (G.2)}$$

式中：

ω ——试样中 MOCA 的含量，单位为克每千克 (g/kg)；

c ——待测液中 MOCA 的浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；

c_0 ——空白试样中 MOCA 的浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；

V ——待测液的体积，单位为毫升 (mL)；

f ——待测液的稀释因子；

m ——试样的质量，单位为克 (g)。

注：待测液中 MOCA 的含量的也可用外标法计算。

G.2.6 检出限

本方法 MOCA 的参考检出含量为 0.01 g/kg。

G.2.7 精密度

同一实验室相同条件下，在短时间内对同一被测对象，两次独立测定结果的绝对差值不应大于其算术平均值的 15%。

G.3 方法二：高效液相色谱法

G.3.1 原理

用适当溶剂萃取试样，经超声水浴萃取后静置冷却至室温，取适量试样溶液过微孔滤膜，用高效液相色谱仪进行分析，外标法计算试样溶液中 MOCA 的含量。

G.3.2 材料和试剂

G.3.2.1 甲醇

色谱纯。

G.3.2.2 水

GB/T 6682-2008 推荐使用的二级水。

G.3.2.3 萃取溶剂

丙酮或其他合适的溶剂，色谱纯。

G.3.2.4 MOCA (CAS 编号：101-14-4) 标准样品

纯度 \geq 99% 或已知纯度。

G.3.2.5 MOCA 储备液

准确称取 MOCA 标准物质(G.3.2.4)50 mg(精确到 0.1 mg)于 100 mL 容量瓶中，用甲醇(G.3.2.1)溶解并稀释到刻度，摇匀，即得到浓度为 500 μ g/mL MOCA 标准储备液。

G.3.2.6 MOCA 系列标准工作溶液

准确量取适当体积的 MOCA 储备液 (G.3.2.5) 于10 mL容量瓶中，用萃取溶剂 (G.3.2.3) 稀释并定容至刻度，得到浓度为 1 μ g/mL、2 μ g/mL、5 μ g/mL、10 μ g/mL、20 μ g/mL 和 50 μ g/mL MOCA 系列标准溶液。

G.3.2.7 有机相微孔滤膜

孔径 0.22 μ m。

G.3.3 仪器与设备

G.3.3.1 高效液相色谱仪，配有 UV-Vis 检测器。

G.3.3.2 超声波发生器。

G.3.3.3 电子天平，精确度 0.1 mg。

G.3.3.4 高速离心机，转速不小于 10000 r/min。

G.3.4 分析步骤

G.3.4.1 样品制备

称取约 0.5 g 样品，精确至 0.1 mg，置于 50 mL 带密封盖的玻璃瓶中，准确加入 10.0 mL 甲醇+丙酮（1+1，体积比）混合溶液，超声萃取 60 min，得到试样溶液，将试样溶液静置冷却至室温，如有必要可将试样溶液以 10000 r/min 的转速离心 10 min，取离心后的上层清液过 0.22 μm 微孔滤膜（G.3.2.7）后，滤液作为待测液。

此试样溶液可依据其实际情况直接进样，或者用萃取溶剂（G.3.2.3）稀释后进行分析。

G.3.4.2 高效液相色谱条件

由于测试结果取决于所使用的仪器，因此不可能给出仪器分析的普适参数，可参考的仪器条件如下：

- a) 色谱柱：C₁₈ 反相柱 [250 mm×4.6 mm (i.d.)×5 μm] 或相当者；
- b) 流动相：甲醇+水溶液=70+30（体积比）；
- c) 流速：1.0 mL/min；
- d) 柱温：30 ℃；
- e) 进样体积：20 μL；
- f) 检测波长：254 nm。

G.3.4.3 定性定量分析

参照测试条件，待仪器稳定后，对制备的样品溶液进行测定，本方法采用色谱峰的保留时间和光谱图进行定性分析。如果检出的色谱峰的保留时间与光谱图和标准品一致，则可判断样品中有 MOCA 的存在。

采用外标法进行定量分析，根据 G.3.2.6 配制的 MOCA 系列标准工作溶液，将该系列标准工作溶液和待测液在相同条件下进样分析。以标准溶液的浓度为横坐标、MOCA 峰面积为纵坐标做图，得到标准曲线回归方程。将样品中检测出的 MOCA 的峰面积代入标准曲线，即可得样品溶液中 MOCA 的质量浓度，将其代入式（G.3）即可计算出样品中 MOCA 的含量。

G.3.4.4 空白试验

除不加试样外，均按上述分析步骤进行。

G.3.5 结果计算

按式（G.3）计算样品中MOCA的含量：

$$\omega = \frac{(c-c_0) \times V \times f}{m \times 1000} \dots\dots\dots (G.3)$$

式中：

- ω ——试样中 MOCA 的含量，单位为克每千克（g/kg）；
- c ——待测液中 MOCA 的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
- c₀ ——空白试样中 MOCA 的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
- V ——待测液的体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样的质量，单位为克（g）；

f ——待测液的稀释因子。

G.3.6 检出限

本方法 MOCA 的参考检出限为 0.001 g/kg。

G.3.7 精密度

同一实验室相同条件下，在短时间内对同一被测对象，两次独立测定结果的绝对差值不应大于其算术平均值的 15%。

附录 H

(规范性附录)

合成材料场地现场取样位置的确定规则

H.1 原理

以运动场地为一个平面，以其相邻两边为坐标轴，通过产生随机数的方式确定取样坐标。

H.2 器材

H.2.1 卷尺：精确到 1 cm。

H.2.2 随机数骰子：符合 GB/T 10111-2008 的规定。

H.2.3 绳子等辅助工具。

H.3 试验方法

H.3.1 测量运动场地的长度 L 、宽度 W ，选取运动场地的任意相邻两边中长边为横坐标轴，短边为纵坐标轴，规定横坐标代表运动场地中某点到纵坐标轴的垂线段的长度。

H.3.2 不规则的运动场地则先划定包含场地的最小矩形，然后进行长度和宽度的测量及坐标轴的确定。

H.3.3 按照 GB/T 10111-2008 中 5.2.2 的规定，用两个随机数骰子操作一次，产生一个 1~99 的随机数 R ，若得的随机数是 00 则重新操作。

H.3.4 按照公式 (H.1) 计算取样位置中心点的横坐标。

$$X = \frac{R}{100} \times L \quad \dots\dots\dots (H.1)$$

式中：

X ——取样中心点的横坐标，单位为米 (m)；

L ——运动场地的长度，单位为米 (m)；

R ——产生的随机数。

H.3.5 根据公式 (H.1) 产生的横坐标确定一条平行于纵坐标的线段，取样区域为该线段与合成材料跑道重叠部分中适宜取样的区域。

H.3.6 挖取样品中心点应落于 H.3.5 产生的线段上，样品边缘距合成材料场地边缘距离至少 10 cm，若挖取样品不是正方形，应保证矩形样品的长边与运动场地的长边平行。

H.3.7 若上述随机抽取的位置出现未浇筑合成材料面层或距离面层边缘过近等不适于取样的情况，则重复上述 H.3.4~H.3.6 的过程，直到确定合适的取样位置。

H.3.8 如有必要，用上述规则抽取第 2 块或更多样品，但两个取样中心点之间的直线距离不应小于 10 m，否则应重复上述 H.3.4~H.3.6 的过程，直到确定合适的取样位置。

附 录 1
(资料性附录)
检验报告

报告编号: xxxxxxxx

检验报告

共 3 页第 1 页

| | | | |
|--------------|-------------------|-------|----|
| 样品名称 | | 检验类别 | |
| 型号规格/等级 | | 商标 | |
| 批号或编号 | | 样品数量 | |
| 生产日期 | | 代表批数量 | |
| 委托单位名称 | | | |
| 生产单位名称 | | | |
| 工程名称 | | 工程地址 | |
| 样品见证 | | 取样部位 | |
| 固化时间 | | 取样日期 | |
| 委托单编号 | | 送样日期 | |
| 样品编号 | | 委托日期 | |
| 样品状态描述 | | | |
| 检验依据 | | | |
| 检验日期 | | | |
| 检验结论 | 检验机构（盖章） 签发日期： | | |
| 委托单位 通讯资料 | 地址 | | |
| | 邮编 | | 电话 |
| 备注 | | | |

批准人姓名：
签字：

审核人姓名：
签字：

编制/主检人姓名：
签字：

检验报告（续页）

共 3 页第 2 页

| 检验结果汇总 | | | | |
|--------|------|-----|------|------|
| 序号 | 检测项目 | 标准值 | 检测结果 | 单项判定 |
| 1 | | | | |
| 2 | | | | |
| 3 | | | | |
| 4 | | | | |
| 5 | | | | |
| 6 | | | | |
| 7 | | | | |
| 8 | | | | |
| 9 | | | | |
| 10 | | | | |
| 11 | | | | |
| 12 | | | | |
| 13 | | | | |
| 说明 | | | | |

报告编号: xxxxxxxx

检验报告 (续页)

共 3 页第 3 页

| 样品照片 |
|------|
| |

(本报告内容结束)

参 考 文 献

- [1] GB 18582-2008 室内装饰装修材料内墙涂料中有害物质限量
 - [2] GB 30982-2014 建筑胶粘剂有害物质限量
 - [3] GB 36246-2018 《中小学合成材料面层运动场地》
 - [4] GB/T 29608-2013 橡胶制品邻苯二甲酸酯类的测定
 - [5] GB/T 29614-2013 硫化橡胶中多环芳烃含量的测定
 - [6] SN/T 2570-2010 皮革中短链氯化石蜡残留检测方法气相色谱法
-