

# ISO 12219-3:2012(E)道路车辆内空气 第3部分:微小测试腔法 筛查汽车内饰件和材料挥发性有机化合物释放量的测定方法

警告:用户在使用本标准前,应该遵循国家有关法规,建立适用的监管制度,制定适当的健康和安全措施。

## 1 范围

ISO 12219 的本部分规定了一个快速、定性和半定量筛查方法。在模拟真实使用条件下,使用微小测试腔,测定从车辆内饰材料释放出的气体有机化合物,包括挥发性和一些半挥发性化合物。本方法用于评估新汽车内饰部件,但在原则上,也可以应用到非新汽车组件。

## 4 原理

测试原理是测定从汽车产品释放出来的 VOCs 的面积或质量比释放率。测试是在一个恒定温度和流量的微小测试腔里进行。在微小测试腔中,试样的表面面积或质量应保持不变,测定所释放出来的化合物的质量或气体浓度,就可以测定在给定的时间  $t$  内被测产品的 VOCs 的面积或质量比释放率(见第 10 章)。

其结果可用作评估关于产品释放量高低的性能——通过与对照释放量高低相比较,或者通过与其他产品或批次的产品的释放量进行数据比较。

## 5 仪器

### 5.2 微小测试腔装置的结构材料

微小测试腔的大小范围从 30 mL~1L。例如,44.5 mL,见附录 B。通常设计为可在室温或高温下工作,可测试各种类型的车辆内饰零部件,结构产品,及消费品的有机化合物释放量。

微小测试腔装置可容纳一个或多个可密封小腔室,微小测试腔由惰性的、非释放和非吸附的材料,如经表面处理的(抛光)或有惰性涂层的不锈钢、失去活性的玻璃或石英构成。在所有情况下,应满足在 5.4 和 5.5 规定的要求。

任何密封材料,如微小测试腔的门或盖的密封垫片或 O 型圈,应是低释放和低吸附的,不会对本底气体浓度有显著影响。O 型圈或垫片应易于装卸,方便清洗或更换。微小测试腔应易于拆卸,从外壳移去,方便清洗,如第 8 章中的规定。

### 5.3 加热

在测试期间,微小测试腔须能均匀加热试样到规定的温度。在整个过程中,温度应保持在  $\pm 2^\circ\text{C}$  (见 6.1)。

为了便于清洁(见第 8 章),微小测试腔应能够耐加热到  $100^\circ\text{C}$  以上。

### 5.4 空气或气体供给和混合设备

该装置应包括供给纯净气体(低烃含量),任选加湿,空气或气体流过微小测试腔的流量,控制在

±3%内。供给的空气或气体含任何 VOCs,不得大于微小测试腔要求的本底要求(6.3)。同样,用于增加空气或气体湿度的加湿用水,不应含有干扰的 VOCs。

空气或气体进气口和出气口的定位,微小测试腔的体积和气体流速,应确保在微小测试腔内的空气或气体能够充分混合,没有死体积。空气或气体的进气口和出气口位置,通常是在垂直于试样表面,优化湍流。在附录 B 及附录 C 中描述的微小测试腔类型,空气或气体流量一般在 20 mL/min~500 mL/min 之间。

注 1: 空气是最常用的,对于某些应用则优先选用惰性气体,如氮气或氦气。

注 2: 在附录 B 和附录 C 中给出的微小测试腔示例,湍流和混合已进行优化,试样表面的空气体积分别减少至 3.2 mL 和 7.4 mL。并通过进气口和出气口取向,使空气进入和离开微小测试腔垂直于试样表面。在这配置中,空气流量分别超过 10 mL/min 和 20 mL/min,足以保证湍流和混合以及消除死体积的风险。注意湍流和混合的不足,如果确实发生,可从分析物的回收率不足来识别(见附录 E)。

## 5.5 空气或气体泄漏

微小测试腔进气口空气或气体载气流量与出气口的空气或气体总流量之差,如果小于 5%,应认为无明显泄漏。每个回收测试(附录 E)、本底测试(9.2)和释放测试(9.3)在开始时,应进行检漏。

## 5.6 空气采样

将采样管与微小测试腔出气口的接头连接,采集从微小测试腔排出的气体。微小测试腔通常是封闭系统,空气或气体全部流经其之后排出进入气体采样管。经过处理的吸附管用于采集挥发性或半挥发性有机物(见 ISO 16000-6),DNPH 或等效采样管甲醛等挥发性羰基化合物。

Tenax TA ®1)是最常用的吸附剂,吸附挥发性范围在正己烷正十六烷的 VOCs。如果需要延长吸附挥发性范围,可使用其他吸收剂或吸附剂组合。更多的信息,见 ISO 16000-6:2011、ISO 16017-1、附录 D 和附录 F。

注:在微小测试腔里,一般工作压力稍微高于大气压力(<20%),这样无论是否安装采样管,都能起到控制和保持气体以恒定速率流动的作用。这种方法的另一个优点是,因为排出的空气流量可以全部被采样,这意味着可以保持一个恒定的空气流通过气体采样管,而无需使用采样泵(见附录 B~附录 D),为工业例行质量控制检查简化了操作。

## 6 测试条件

在一般情况下,在以下测试条件应该满足。

### 6.1 温度

释放率是具体到一个特定温度下,因此,在释放测试中,微小测试腔必须保持温度恒定在 65°C ± 2 °C。

选用其他温度,取决于测试的目的和相关方的约定。

### 6.2 微小测试腔的空气或气体流量

在释放测试中,通过每个单独的微小测试腔的空气或气体流量,要保持恒定。筛查 VOCs 表面释放量,一般流量为 50 mL/min。较高的气体流量,如 100 mL/min~200 mL/min,通常推荐用于测试散发材料 VOCs 的释放量,试样放置在微小测试腔的底部,放置在容积较大的微小测试腔内。沸点较高的半挥发性有机化合物(SVOCs)测试时,推荐用较高的气体流量,降低沉降作用的风险。

根据 ISO 16000-3,用于筛查甲醛的表面释放量,推荐流量为 250 mL/min。

注:使用微小测试腔筛查甲醛,流量低或采样时间短,其结果可能会影响 ISO 16000-3 规定的检测限。

分析物的回收率试验,如附录 E 所述,应定期进行,例如每月一次。并使用作为检查空气湍流和混

合是否足够,有没有显著的空气死体积。满意的回收率表明,在第一个采样管的回收率 $>80\%$ ,第二个采样管的回收率 $<20\%$ 。

记录空气或气体的流速和最新的分析物的回收率试验的结果。

### 6.3 供给空气或气体的质量和有机气体的本底浓度

目标化合物的本底浓度水平,包括微小测试腔杂音和供给空气或气体中的污染物,应在微小测试腔测定浓度 $10\%$ 以下,或单个 VOC 低于 $5\mu\text{g}/\text{m}^3$ ,总挥发性有机化合物(TVOC)低于 $50\mu\text{g}/\text{m}^3$ ,以较高者为准。同样,用于增加空气或气体湿度的加湿用水,不应含有干扰的 VOCs。

### 6.4 控制措施

温度和流量测量系统应以独立的方式控制达到上述条件。

## 7 试样

### 7.1 概述

ISO 12219 的本部分应用于汽车各式各样的内饰零部件材料。研究在微小测试腔里汽车零部件气体有机化合物的释放量,在测试前和期间,试样需要妥善处理。

试样直接从生产的产品取样,迅速在现场实验室进行分析,放置在合适的清洗、气密性、不释放污染物的容器或包装里。每个样品应以同样的方式处理,如存储容器或包装的类型,试样制备方法,样品采集和分析时间。

在分析之前,试样如果要存放时间超过 $2\text{h}$ ,或者需要运送到异地实验室,在采样程序、运输条件、样品保存、试样准备等方面,需要更多的预防措施。在这种情况下,应遵循 ISO 16000-11 中给出的建议。

注:对于非均质材料,可以从相同的样品制作多个试样进行测量,测定平均比释放率。

### 7.2 试样的制备

试样经常需要切割(切片),以紧贴在微小释放测试腔之内,从而最大限度地减少或消除边缘影响。见附录 A~附录 C。最好是用打孔制作,减少热量的产生。每个试样作标记和称重。

注:锯切制备会加热样品,危及释放量测试。

对于分析散装材料释放量时,测定质量比释放率的试样量应足够大,以满足测试目标物具有足够的灵敏度。

将样品包装拆除后到试样制备之间的时间间隔应尽可能短,在每个步骤间都毫不例外。试样制备后,立即放入微小测试腔内,这时间即视为释放测试的开始时间,即 $t=t_0$ 。

如果测定散装材料,如聚合物树脂颗粒、粘合剂或绝缘纤维有代表性的试样的释放量,可直接放置到微小测试腔,无须额外的制备步骤。如果在实际试验中,材料或产品只有一个表面被暴露,应小心以防止其他表面和边缘切口的释放量干扰测试。

微小测试腔的设计应该方便容纳紧密贴合的试样,或通过使用凸边或挡板,向下压在硬质平面材料表面边缘附近上。这可以防止进行短时间测试的试样的切割边缘和背面释放量进入(见附录 B 和附录 C)。或者,在试样被放置于微小测试腔之前,使用释放量低的铝粘合带密封受试试样的边缘表面和背表面,或通过一个合适的试样支架。

## 8 微小测试腔组件的清洗

从一个空微小测试腔采集空白空气样品应满足 6.3 的要求。当空白值无法达到要求,应该清洗微

小测试腔。清洗程序如下。

微小测试腔的清洗,移去任何 O 形环或垫圈,使用碱性洗涤剂洗涤微小测试腔组件,然后分别用清洁的水和使用适当的溶剂单独漂洗,彻底晾干。

另外,如果微小测试腔组件可以被加热的话,提高空腔温度,密封的微小测试腔的温度到 100 °C 以上,通入快速流动的纯气体,直到本底浓度(background artefacts)降低到可接受的水平(见 6.3)。

如果微小测试腔有惰性涂层,应特别小心,在清洗过程中不要损坏涂层,例如不要使用研磨清洗剂或 pH 值过高或过低的清洗剂。

## 9 测试方法

### 9.1 采样介质

选择正确的采样介质,见 5.6。吸附管使用前应经过严格处理,见 ISO 16000-6。

### 9.2 本底浓度的测定

微小测试腔本底水平应定期检查,如每一批次释放测试开始前,定量测定来源于供给空气或气体或来源于微小测试腔装置的气体有机化合物贡献的任何本底水平。

没有试样存在时的本底,使用有代表性的经过处理的采样管和按照 9.3 中规定的程序进行检查。本底浓度应符合 6.3 的要求。

### 9.3 气体采样

试样应放置在预先加热至 65 °C 的微小测试腔内维持 20 min。在附录 B~附录 D 中所示类型的微小测试腔进行表面释放量测试,推荐流量为 50 mL/min(VOCs)或 250 mL/min(甲醛)。

注 1: 为了测量半挥发性成分或测试特别致密的材料时,较长的平衡时间是必要的。

平衡期后,经处理的气体采样装置应连接到微小测试腔出气口。这标志着气体样品采集开始。快速检查是否有泄漏(见 5.5)。收集气体 15 min±1 min(VOC 采样)或 2 h±0.2 h 至 4 h±0.2 h(甲醛采样)。

注 2: 多数微小测试腔设备在略有升高压力下运行,通常不需要用采样泵抽微小测试腔内空气进入气体采样管(见 5.6)。

注 3: 使用微小测试腔筛查甲醛,可降低流量或缩短采样时间,但其结果可能会影响 ISO 16000-3 的检测限(见 6.3)。

注 4: 降低流量或缩短采样时间也可用于降低易挥发性 VOCs 采样出现穿透的风险(见第 12 章)。但在这种情况下,往往最好使用可替代的更强的吸附剂,见 ISO 16000-6:2011,附录 D。对于高浓度 VOC 的释放量,优选的是,在分析系统上增设流量分流,而不是减少采样时间或降低流量。

注 5: 从微小测试腔排出的气体通过管道输送到通风橱中,在不采样时,以确保从试样释放的任何化学品与实验室环境隔离。

### 9.4 气体样品收集后气体采样装置的密封

将样品管从微小测试腔气体采样末端取下,使用适当的盖帽盖住密封(ISO 16000-6 和 ISO 16000-3),立即记录采样时间,在按照 ISO 16000-6,ISO 16000-3 的指导原则分析之前,样品管应小心存放。

### 9.5 气体采样装置的分析

分析气体采样装置,根据 ISO 16000-3(甲醛)或 16000-6(挥发性有机化合物),测定气体采样管保留每个目标化合物的量。如果需要的话,按照 ISO 16000-6:2011 第 10 章、ISO 16000-3:2011 第 11 章和附录 F,可从各自的质量测定分析物的气体浓度。

## 9.6 试样在释放测试间的存储(如果需要)

如果是相同的样品要使用微小测试腔进行反复测试,试样应保持在有纯空气或气体流的微小测试腔内。

## 9.7 微小测试腔测试后的清洗

释放测试结束,如果有必要,根据第8章,对微小测试腔应进行清洁,以确保它符合后续测试的本底要求(见6.3)。

## 10 气体浓度和比释放率的计算

为了适应不同式样的微小测试腔,测试结果通常以面积比释放率  $q_{mA}$  表示,单位为微克每平方米小时;或以质量比释放率  $q_{mm}$  表示,单位为微克每克小时。

大多数微小测试腔的运作,把全部气流直接流经气体采样管。如果是这样,空白值又符合 ISO 12219-3 中指定的性能标准的话,使用分析中所测定的单个气体质量或 VOCs 总质量(见 9.5),可以直接计算出面积比释放率  $q_{mA}$ ,也可以计算出质量比释放率  $q_{mm}$  :

面积比释放率  $q_{mA}$ ,由式(1)计算出。

$$q_{mA} = \frac{m_a}{At} \dots\dots\dots(1)$$

质量比释放率  $q_{mm}$ ,由式(2)计算出。

$$q_{mm} = \frac{m_a}{m_s t} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$m_a$  ——分析物质量,  $\mu\text{g}$ ;

$A$  ——试样面积,  $\text{m}^2$ ;

$m_s$  ——试样质量,  $\text{g}$ ;

$t$  ——气体采样时间,  $\text{h}$ 。

在 ISO 12219-3 推荐的采样时间, VOCs 为 15 min(0.25 h), 甲醛为 4 h。

### 示例

微小测试腔如附录 B 所示。试样裸露的面积为  $1.28 \times 10^{-3} \text{m}^2$ , VOCs 气体采样 15 min,  $q_{mA}$  的计算可简化为:

$$q_{mA} = \frac{m_a \mu\text{g}}{3.2 \times 10^{-4} \mu\text{g} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}}$$

微小测试腔如附录 C 所示。试样裸露的面积为  $2.46 \times 10^{-3} \text{m}^2$ , VOCs 气体采样 15 min,  $q_{mA}$  的计算可简化为:

$$q_{mA} = \frac{m_a \mu\text{g}}{6.15 \times 10^{-4} \mu\text{g} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}}$$

微小测试腔如附录 B 所示,测定甲醛及其他挥发性羰基化合物,气体采样 4 h,  $q_{mA}$  的计算可简化为:

$$q_{mA} = \frac{m_a \mu\text{g}}{5.12 \times 10^{-3} \mu\text{g} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}}$$

微小测试腔如附录 C 所示,测定甲醛及其他挥发性羰基化合物,气体采样 4 h,  $q_{mA}$  的计算可简化为:

$$q_{mA} = \frac{m_a \mu\text{g}}{9.84 \times 10^{-3} \mu\text{g} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}}$$

式中:

$m_a$  ——测定分析物的质量。

如需进一步信息,或者在微小测试腔排出的空气,只有部分被采样的情况下,  $q_{mA}$  或  $q_{mm}$  应测定微小测试腔内目标分析物的气体浓度,见附录 F(原文为附录 G)或 ISO 16000-3、ISO 16000-6、ISO 16000-9 [6]和 ISO 16000-10[7]。

附 录 A  
(资料性附录)  
微小测试腔原理

### A.1 概述

微小测试腔是在常规小环境测试舱相同的基本原理下运行的,仅用于表面释放测试或散装释放测试。然而其体积小,能够在高温下工作,温度能够迅速地达到平衡。这有利于快速、可重复筛查释放数据,可作为较长期的参考测试,为制造业提供一个有用的质量控制工具。

应注意 A.2~A.5 的指南。

### A.2 尺寸和形状

微小测试腔(如图 A.1),通常容积在 40 mL~120 mL,制作成平底圆筒形结构,方便于试样的制备,可使其紧贴微小测试腔的内径,从边缘和背面释放的干扰将降低到最小。

### A.3 材料

结构材料应是坚固结实(适合在工厂环境中使用)、惰性、经过除气、无吸附作用、耐 100℃ 以上温度。适用的材料包括不锈钢或惰性涂层的不锈钢,表面处理过的玻璃或石英。密封胶应是低释放和耐高温的。

### A.4 功能及特点

微小测试腔具有很容易分析平面材料或散装物料的比表面释放率的能力,散装物料使用模压或颗粒产品。

进气口和出气口的定位,应使空气充分混合,消除死体积和沉降作用的风险。

连接气体采样管,通常允许从微小测试腔排出的空气全部流量被采样。或者采取步骤,以确保所收集的气体样品能够代表微小测试腔内的空气。

如果微小测试腔无论是否安装气体采样管,都能够在进气口提供恒定的采样空气流量,然而无需空气采样泵,这简化了操作,为制造业使用提供便利。

在本部分要求能够均匀加热微小测试腔达到所需的温度的能力。

微小测试腔装置应容易拆卸,便于清洗。

### A.5 性能标准

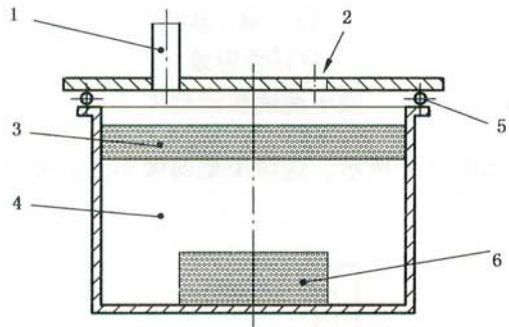
在本部分规定的条件下,微小测试腔所产生的面积比释放率数值,与使用常规小环境测试舱,从同一样品获得的数值一致。

微小测试腔释放概况应该是可重复的。

在本部分的规范性文本所定义的微小测试腔应显示出可忽略不计的本底浓度和显著的沉降作用。

无论是否安装有气体采样管,应能够维持恒定的空气流量流经微小测试腔。

在整个试验过程中,应保持微小测试腔的温度恒定。



说明:

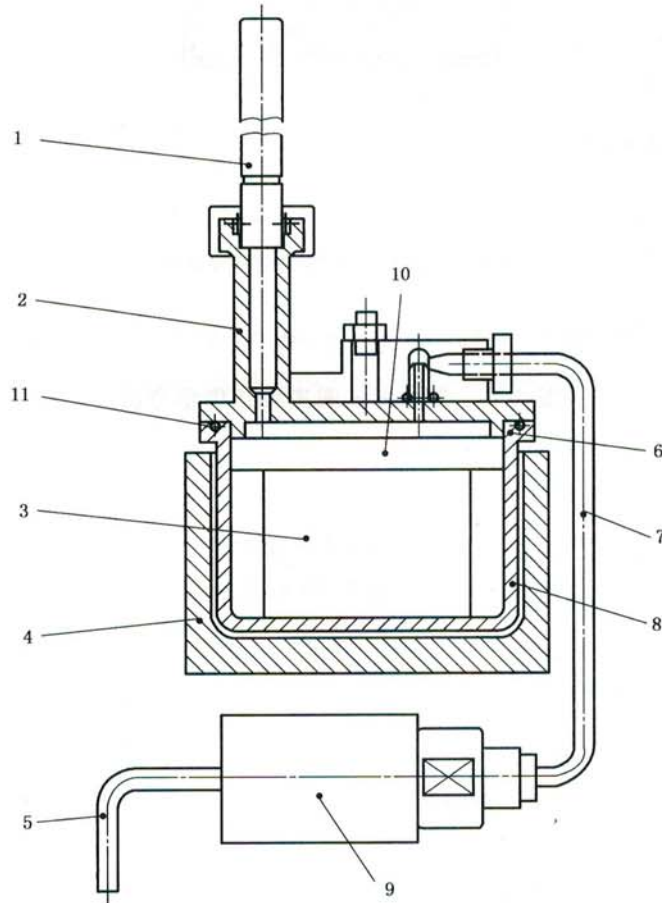
- 1——出气口,连接至气体采样管;
- 2——进气口,需要加热;
- 3——测试表面释放量的试样;
- 4——在进行表面释放量测试时,试样下面的空间用金属板(通常是铝)填充;
- 5——低释放密封圈;
- 6——测试释放量用的散装材料试样。

图 A. 1 微小测试腔主要组件示意图

**附录 B**  
(资料性附录)  
**微小测试腔示例 1**

第一种典型的微小测试腔如图 B.1 所示。这种类型的微小测试腔的尺寸和性能规格列于表 B.1。

流量: mL/min



说明:

- 1——气体采样管;
- 2——出气口;
- 3——金属垫片(通常是铝);
- 4——加热块;
- 5——供给加压空气;
- 6——凸边,排除边缘和背面释放量干扰;
- 7——供给空气,需要加热;
- 8——微小测试腔;
- 9——流控制装置;
- 10——试样;
- 11——低释放密封圈。

图 B.1 表面释放量测试使用的第一个示例微小测试腔横截面



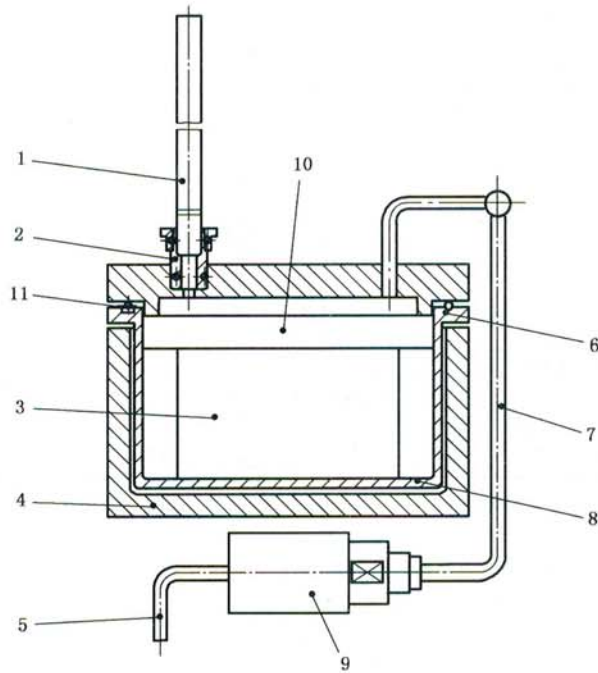
表 B.1 图 B.1 示例的微小测试腔的尺寸和辅助数据

空微小测试腔(散装材料释放测试)				
腔室直径/mm	45			
腔室深度/mm	28			
容积(空腔)/mL	44.5			
气体流量范围/mL/min	10~500			
气体变化率范围内/h <sup>-1</sup>	13~674			
用盖子凸边对着试验材料压紧密封(材料表面释放测试)				
容积/m <sup>3</sup>	$3.20 \times 10^{-6}$			
露出试样直径/mm	40.4			
最大暴露的表面面积/m <sup>2</sup>	$1.28 \times 10^{-3}$			
负载因子/m <sup>2</sup> · m <sup>-3</sup>	400			
气体流量/mL/min (范围 10 mL/min~500 mL/min)	50	100	250	500
相应的气体交换率/h <sup>-1</sup>	938	1 875	4 690	9 375
面积比气体流量/ $q_{VA}/m^3 \cdot h^{-1} \cdot m^{-2}$	~2.34	~4.69	~11.7	~23.4

附录 C  
(资料性附录)  
微小测试腔示例 2

第二个典型的微小测试腔如图 C.1 所示。这种类型的微小测试腔的尺寸和性能规格列于表 C.1。

流量: mL/min



说明:

- 1——气体采样管;
- 2——出气口;
- 3——金属垫片(通常是铝);
- 4——加热块;
- 5——供给加压空气;
- 6——凸边,排除边缘和背面释放量干扰;
- 7——供给空气,需要加热;
- 8——微小测试腔;
- 9——流控制装置;
- 10——试样;
- 11——低释放密封圈。

图 C.1 表面释放量测试使用的第二个示例微小测试腔横截面

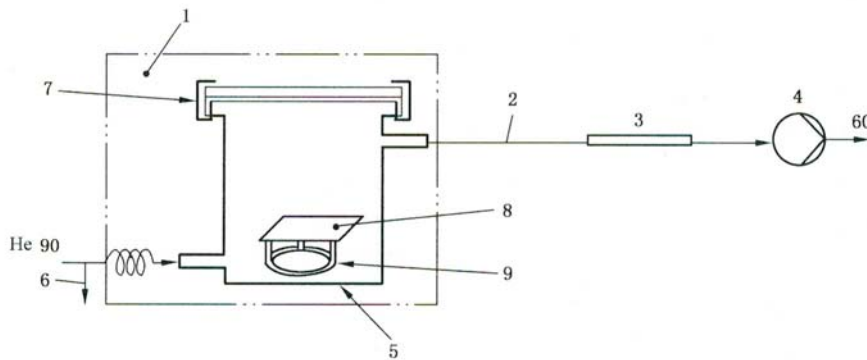
表 C.1 图 C.1 示例的微小测试腔的尺寸和辅助数据

空微小测试腔(散装材料释放测试)					
腔室直径/mm	64				
腔室深度/mm	36				
容积(空腔)/m <sup>3</sup>	$1.14 \times 10^{-4}$				
气体流量范围/mL/min	10~500				
气体变化率范围/h <sup>-1</sup>	10~500				
用盖子凸边对着试验材料压紧密封(材料表面释放测试)					
容积/m <sup>3</sup>	$7.34 \times 10^{-6}$				
露出试样直径/mm	56.0				
最大暴露的表面面积/m <sup>2</sup>	$2.46 \times 10^{-3}$				
负载因子/m <sup>2</sup> ·m <sup>-3</sup>	333				
气体流量/mL/min (范围 10 mL/min~500 mL/min)	50	100	250	500	
相应的气体交换率/h <sup>-1</sup>	407	813	2 033	4 065	
面积比气体流量/ $q_{VA}/m^3 \cdot h^{-1} \cdot m^{-2}$	~1.22	~2.44	~6.10	~12.2	

**附录 D**  
(资料性附录)  
**微小测试腔示例 3**

第三个典型的微小测试腔如图 D.1 和图 D.2 所示。这种类型的微小测试腔的尺寸和性能规格列于表 D.1。

流量: mL/min

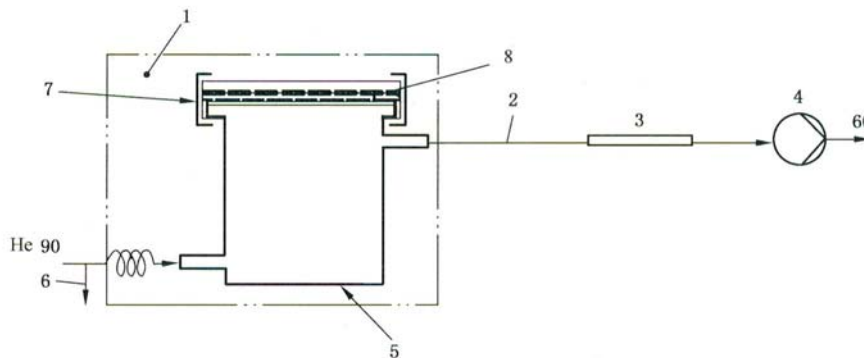


说明:

- |                     |           |            |
|---------------------|-----------|------------|
| 1——恒温箱(调整至 65℃);    | 4——采样泵;   | 7——夹钳;     |
| 2——采样导管(最低温度为 65℃); | 5——微小测试腔; | 8——汽车内饰材料; |
| 3——Tenax TA @1)采样管; | 6——放空导管;  | 9——石英支架。   |

**图 D.1 第三个微小测试腔示例(散装材料释放测试)**

流量: mL/min



说明:

- |                     |           |            |
|---------------------|-----------|------------|
| 1——恒温箱(调整至 65℃);    | 4——采样泵;   | 7——夹钳;     |
| 2——采样导管(最低温度为 65℃); | 5——微小测试腔; | 8——汽车内饰材料; |
| 3——Tenax TA @1)采样管; | 6——放空导管;  | 9——石英支架。   |

**图 D.2 第三个微小测试腔示例(表面释放测试)**

表 D.1 微小测试腔的尺寸和规格

微测试腔参数	参数量值
腔室直径/mm	82
腔室深度/mm	125
容积(空腔)/m <sup>3</sup>	$6.3 \times 10^{-4}$
气体流量范围/mL/min	30~100
气体交换率范围/h <sup>-1</sup>	4~10

附 录 E  
(资料性附录)  
VOC 回收率的评估

有机气体回收率的测定,把已知质量的一个或多个指定目标分析物,送入在微小测试腔内合适的情性基板,如 1 mm 厚的聚四氟乙烯或金属盘上,通过采集从微小测试腔排出气体,测定回收气体的总质量。在送入受试化合物之前,空气流量和温度应达到分析条件下的平衡状态。通常用于回收测试的化合物的示例包括甲苯、正十二烷和氘代物。

注:如果制备的受试化合物为溶液(如 1% 甲苯在溶剂中的体积分数),使用的溶剂如甲醇,在 Tenax TA ®1)上不保留,对分析干扰小。

微小测试腔的分析条件一旦达到平衡状态,把基板放置到微小测试腔,注射小体积(通常为 0.5  $\mu\text{L}$  至 2  $\mu\text{L}$ )测试溶液。立即密封微小测试腔,连接一支空调气体采样管(通常填充 Tenax TA ®1)吸附剂),打开空气流量阀门,15 min 后,用新鲜的空调气体采样管更换气体采样管,随后在正常的测试条件下分析每个气体采样管。

如果需要做易挥发性有机化合物的回收率测试,使用可控制渗透或扩散源将目标化合物送入微小测试腔,可以防止在微小测试腔密封前蒸发损失的危险。

令人满意的回收率,第一个采样管的回收率应 $>80\%$ ,在第二个样品管的回收率应 $<20\%$ 。

如果这些条件得不到满足,移去载有受试化合物的基板,将其放置在一个同样温度和流量条件下的清洁微小测试腔内。继续进行实验对原有微小测试腔(没有基板和受试化合物)和新的微小测试腔两者,平行采集两双额外 15 min 气体样品,检测在基板和任何残留的刚刚添加的受试化合物。

如果二次测试表示在基板上继续存在受试化合物,但又没有载带送入微小测试腔的采样装置。回收不完全,证明目标化合物从基板上蒸发过程缓慢,不能全部载带送入微小测试腔的采样装置。在这种情况下,回收完全就能够证明通过采样装置。然而,如果这些测试表示没有受试化合物残留在基板上,但在该装置中的损失超过 20%,这表明受试化合物的回收率不理想。可能的原因是装置内存在泄漏或污染。使用该装置做样品测试之前,这些问题应当解决。

在较大或较小的程度上,取决于微小测试腔的式样,可以预期较重的 SVOCs,如挥发性低于正  $n$ -C18~C22 的化合物,可能会凝结在装置的内壁上,从而影响完全回收。

由于这个原因,用微小测试腔对 SVOC 进行定量研究,可能需要延长时间,如 8 h 或 24 h,或按照 ISO 16000-25 规定的,使用一种两个步骤的替代方法。

## 附录 F

(资料性附录)

### 由微小测试腔空气中的浓度计算比释放率

面积比释放率,  $q_{mA}$  以微克每平方米小时表示。由微小测试腔空气中的浓度, 使用 ISO 16000-9 和 ISO 16000-10 中所述的常规计算。转述如下:

$$\gamma_{\text{voc}} = q_{mA} \frac{L}{n} = \frac{q_{mA}}{q_{VA}} \dots\dots\dots (F.1)$$

可转换为

$$q_{mA} = \gamma_{\text{voc}} q_{VA} \dots\dots\dots (F.2)$$

其中

$$q_{VA} = \frac{n}{L} \dots\dots\dots (F.3)$$

这里

$\gamma_{\text{voc}}$  —— VOC 浓度,  $\mu\text{g}/\text{m}^3$ , 空气样品;

$n$  —— 每小时空气交换次数;

$L$  —— 负载因子(试样面积/腔容积),  $\text{m}^2/\text{m}^3$ ;

$q_{VA}$  —— 面积比流量,  $\text{m}^3/\text{m}^2 \cdot \text{h}$ 。

示例: 附录 B 中描述的微小测试腔, 负载因子:

$$L = \frac{1.28 \times 10^{-3}}{3.20 \times 10^{-6}} = 400 (\text{m}^2 \cdot \text{m}^{-3})$$

当空气或气体流量为 50 mL/min ( $0.003 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ ) 时, VOCs 的表面释放测试, 空气或气体的交换率:

$$n = \frac{0.003}{3.20 \times 10^{-6}} = 938 \text{ h}^{-1}$$

空气或气体面积比流量:

$$q_{VA} = \frac{938}{3.20 \times 10^{-6}} = 2.34 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$$

详见表 B.1。

空气中 VOC 浓度  $\gamma_{\text{voc}}$ , 以  $\mu\text{g}/\text{m}^3$  表示, 由测定分析物的质量和空气或气体采样体积求出。按照 ISO 16000-6 第 11 章或者 ISO 16000-3 第 10 章中的规定, 校正在 23 °C 和 101.3 kPa 时的体积。

因此, 在这些条件下, 这款微小测试腔的 VOCs 面积比释放率  $q_{mA}$  应表示为

$$\gamma_{\text{voc}} q_{VA}$$

即这款微小测试腔的面积比释放率:

$$q_{mA} = \gamma_{\text{voc}} \times 2.34 \mu\text{g} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{h}^{-1}$$

参考文献(略)