

团 体 标 准

T/CPQS ××××—××

车内邻苯二甲酸酯类物质采样测定方法

Method for sampling and determination of phthalates in vehicles

(征求意见稿)



××-××-××发布

××-××-××实施

目 次

前 言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 方法原理	1
4 采样	1
5 分析	4
6 质量保证和控制	4



前 言

本标准按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本标准由中汽数据有限公司提出。

本标准由中国消费品质量安全促进会归口。

本标准起草单位：

本标准主要起草人：



车内邻苯二甲酸酯类物质采样测定方法

1 范围

本标准规定了测量机动车乘员舱内邻苯二甲酸酯类物质的采样点设置、采样环境条件技术要求、采样方法和设备、相应的测量方法和设备、数据处理、质量保证等内容。

本标准适用于车辆静止状态下,车内空气中气相和颗粒物中邻苯二甲酸二甲酯、邻苯二甲酸二乙酯、邻苯二甲酸二异丁酯、邻苯二甲酸二丁酯、邻苯二甲酸丁苄酯、邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯和邻苯二甲酸二正辛酯共7种邻苯二甲酸酯类物质的采样与测量。

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,其最新版本适用于本文件。

HJ 867-2017 环境空气 酞酸酯类的测定 气相色谱-质谱法

HJ/T 400-2007 车内挥发性有机物和醛酮类物质采样测定方法

ISO 12219-1 Interior air of road vehicles -Part 1: Whole vehicle test chamber-Specification and method for the determination of volatile organic compounds in cabin interiors

3 方法原理

用恒流采样器将车内空气中的邻苯二甲酸酯类物质采集到玻璃(或石英)纤维滤膜、聚氨酯泡沫(PUF)和XAD-2树脂上,用乙醚-正己烷混合溶液提取,提取液经浓缩、净化后,用气相色谱-质谱仪分离检测。根据保留时间和特征离子丰度比定性,内标法定量。

4 采样

4.1 采样技术要求

4.1.1 受检车辆要求

实施采样时,在本标准规定的环境条件下,受检车辆处于静止状态,车辆的门、窗、乘员舱进风口风门、发动机和所有其他设备(如空调)均处于关闭状态。

4.1.2 采样环境要求

受检车辆所在的采样环境应满足下列条件:
环境气流速度 ≤ 0.3 m/s。

4.2 采样点设置

采样点位于第二排座椅的中间点位置。

4.3 采样装置

4.3.1 采样环境舱

4.3.1.1 采样环境舱应足够大，以便能够完整地停放受试车辆，舱内空间足够大，方便人员对受检车辆的测试和采样工作。环境舱应设主门和辅门，主门能够保证受检车辆整车出入，在整个采样过程中不再开启；辅门供人员安全出入。在整个采样过程中，辅门开启时能够保证至少距离受检车辆外表面不超过0.5米的空间范围内环境仍能满足要求。

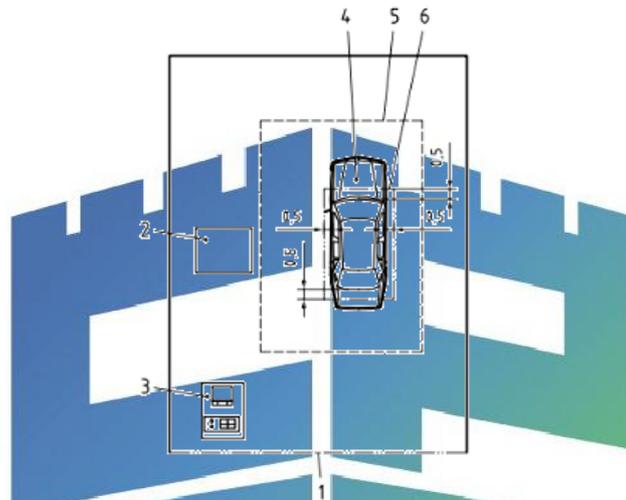
4.3.1.2 采样环境舱应安装空气调节系统，在室内停车模式下，能达到环境温度为 $25^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 、湿度为 $50\% \pm 10\% \text{RH}$ 、风速 $<0.3\text{m/s}$ 的空气条件。

4.3.1.3 采样环境舱应安装光照模拟系统，使用红外线散热器、卤素散热器或其它散热器以固定的辐射加热受试车辆车厢。受试车辆车顶表面中间参考测量点处应达到 $400\text{W/m}^2 \pm 50\text{W/m}^2$ 的辐射密度，加热面积涵盖受试车辆，并向每一侧延伸 0.5m 以上的面积（脚印面积）。散热器设置在车顶，对加热区域的照射角度为 90° ，且没有来自侧面的散热器照射。

4.3.1.4 采样环境舱应安装空气净化系统，以保证受检车辆每次进入舱内之前，背景污染物浓度应 $\leq 0.09\text{mg/m}^3$ 。

4.3.1.5 采样环境舱应具备尾气排放装置，能将受检车辆排放的尾气引出舱外。

4.3.1.6 采样环境舱应安装环境监控系统，至少设置一个温、湿度在线监控点，监控点设置在距车身周围 0.5m 空间范围以内，高度与车内采样点位置相对。此外，应具有一个辐照度监控点，位于车顶上中部位置。



1-环境舱主门 2-环境舱辅门 3-控制和数据记录装置 4-受试车辆 5-测试区域 6-红外光照区域

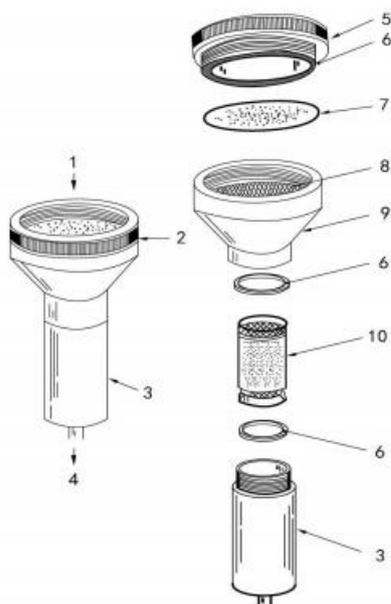
图1 采样环境舱和受检车辆的布局图

4.3.2 样品采集系统

4.3.2.1 样品采集系统一般由恒流气体采样器、采样头组成。

4.3.2.2 恒流气体采样器：具有自动累积采样体积、自动换算累积标准采样体积功能，并具有自动定时、断电再启功能和自动补偿由于电压波动和阻力变化引起的流量变化的功能。流量在 $100\text{L/min} \sim 200\text{L/min}$ 范围内可调。

4.3.2.3 采样头：由滤膜夹和采样筒套筒两部分组成，详见图2。采样头的材质选用不锈钢或聚四氟乙烯等不吸附有机物的材料。滤膜夹包括滤膜上压环、滤膜和滤膜支架。采样筒套筒内部为玻璃采样筒，玻璃采样筒内上下两层为厚度至少为 50mm 和 25mm 的PUF，中间装有至少 10g XAD-2树脂，底部由不锈钢筛网支撑。玻璃采样筒用硅橡胶密封圈密封固定在滤膜夹和抽气泵之间。



1—气流入口；2—滤膜夹；3—采样筒套筒；4—气流出口；5—滤膜上压环；6—硅橡胶密封圈；7—滤膜；8—不锈钢筛网；9—滤膜支架；10—玻璃采样筒。

图2 采样头示意图

4.4 样品采集程序

4.4.1 受检车辆准备阶段

- a) 将受检车辆放入采样环境舱中；
- b) 应去除内部构件表面覆盖物（如出厂时为保护座椅、地毯等而使用的塑料薄膜），并将覆盖物移至采样环境舱外；
- c) 将受检车辆可以开启的窗、门完全打开，静止放置时间不少于6h；
- d) 整个准备阶段过程中，至少在最后4h时段内，采样环境舱环境条件应符合本标准4.1.2规定的采样技术条件要求，并采取符合本标准6.7规定的质量保证措施对环境条件监测。

4.4.2 受检车辆封闭阶段

- a) 完成准备阶段后，进入封闭阶段；
- b) 在受检车辆内按本标准4.3.2规定的要求安装好采样装置，并设置自动启动采样的时间，完全关闭受检车辆所有窗、门，确保整车的密封性；
- c) 将受检车辆保持封闭状态16.5h；
- d) 整个封闭阶段受检车辆所在的采样环境舱环境条件应符合本标准4.1.2规定的采样技术条件要求，并按本标准6.7的规定对环境条件监测。

4.4.3 受检车辆加热阶段

- a) 完成封闭阶段后，进入加热阶段；
- b) 打开光照模拟系统直至采样结束后关闭，将辐照强度调节至 $400 \text{ W/m}^2 \pm 50 \text{ W/m}^2$ ，保持4小时。
- c) 整个封闭阶段受检车辆所在的采样环境舱环境条件应符合本标准4.1.2规定的采样技术条件要求，并按本标准6.7的规定对环境条件监测。

4.4.4 样品采集阶段

- a) 设置采样流量 100 L/min ，采样时间 60 min ；

b) 在对车内空气进行样品采集时，对采样环境舱中的空气进行样品采集，采样点位置应在距离受检车辆外表面不超过0.5m的空间范围内，高度与车内采样点位置相当。

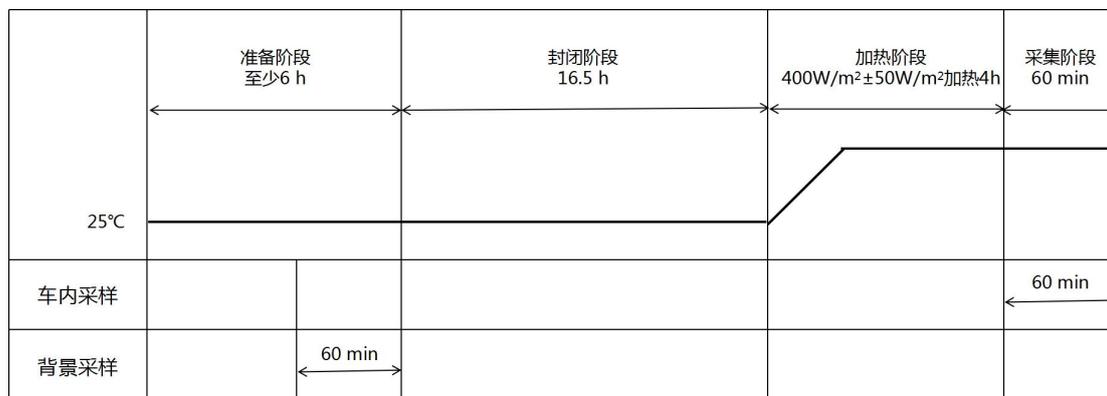


图3 测试过程与采样示意图

4.5 样品运输和保存

采样结束后取下滤膜，采样尘面向里对折，取出玻璃采样筒，与对折的滤膜一同用铝箔纸包好。样品采集后在4℃以下冷藏，7 d内提取完毕。样品提取液在4℃以下冷藏保存，40d内完成分析。

5 分析

依据《HJ 867-2017 环境空气 酞酸酯类的测定 气相色谱—质谱法》对样品进行分析。

6 质量保证和控制

6.1 仪器要求

仪器应符合国家有关标准的技术要求，及时校准和标定，通过计量检定并在有效期内。

6.2 流量校准

每次采样前要用一级流量计（如一级皂膜流量计）在采样负载条件下校准采样系统的采样流量。

6.3 空白

每批样品不超过20个，至少带2个现场空白和2个实验室空白，空白中酞酸酯类化合物含量不超过测定下限，平行双样的相对偏差不得超过30%。否则，重新进行样品采集。

6.4 平行样

平行采集2个样品，测定值之差与算术平均值比较的相对偏差不得超过30%。

6.5 采样环境监测

6.5.1 监测对象

受检车辆所在的采样环境条件数据包括：环境温度、环境相对湿度、环境气流速度、大气压力。

6.5.2 监测频率

在整个准备阶段过程的最后4h内，至少应选择阶段中期采集舱内数据1次或采用在线监测设施对舱内环境条件进行连续监测。

6.5.3 监测点位置

环境温度、相对湿度监测点至少设置1个，位置应在距离受检车辆外表面不超过0.5m的空间范围内，高度与车内采样点位置相当。

试验开始前环境气流速度监测点至少设置5个，稳定后至少设置1个。位置应在受检车辆的前部、顶部、后部、左侧、右侧距离车身外表面不超过0.5m的空间范围内。

6.6 采样体积校正

在计算浓度时应按以下公式将采样体积换算成标准状态下的体积：

$$V_0 = V \cdot \frac{T_0}{T} \cdot \frac{P}{P_0}$$

式中：

V_0 ——换算成标准状态下的采样体积，L；

V ——采样体积，L；

T_0 ——标准状态的绝对温度，273K；

T ——采样时采样点现场的温度（ t ， $^{\circ}\text{C}$ ）与标准状态的绝对温度之和，（ $t+273$ ）K；

P_0 ——标准状态下的大气压力，101.3kPa；

P ——采样时的大气压力，kPa。

6.7 采样记录

采样时要对受检车辆情况、采样日期、时间、地点、数量、大气压力、气温、相对湿度、气流速度以及采样人员等做出详细现场记录；在每个样品上贴上标签，标明点位编号、采样日期和时间等。采样记录随样品一同报到实验室。

