

ICS 87.040

CCS G 50



团体标准

T/CSTM 00636—2022

涂料及相关材料中总挥发性有机化合物释 放量（TVOC）的测定 气袋法

Determination of total volatile organic compounds (TVOC) emission from
coatings and related materials — Air-bag method

2022-08-29 发布

2022-11-29 实施

中关村材料试验技术联盟

发布

前 言

本文件参照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》和GB/T 20001.4《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的规定起草。

请注意本文件的某些内容有可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国材料与试验团体标准委员会化工材料领域委员会（CSTM/FC05）提出。

本文件由中国材料与试验团体标准委员会化工材料领域委员会涂料和颜料技术委员会（CSTM/FC05/TC05）归口。

CSTM标准发布使用

涂料及相关材料中总挥发性有机化合物（TVOC）释放量的测定

气袋法

重要提示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了采用气袋法测定涂料及相关材料中总挥发性有机化合物（TVOC）释放量的原理、试验准备、标准试验条件、取样规则、试验步骤和试验报告等内容。

本文件适用于常温自干型涂料（如墙面涂料、木器涂料、地坪涂料等）中挥发性有机化合物释放量的测定。其他类型的涂料及相关材料中挥发性有机化合物释放量的测定可参考本文件。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 3186 色漆、清漆和色漆与清漆用原材料 取样

GB 11614 平板玻璃

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 20777 色漆和清漆 试样的检查和制备

GB/T 37884—2019 涂料中挥发性有机化合物（VOC）释放量的测定

ISO 16000-6: 2011 室内空气 第6部分：通过 Tenax TA 吸附剂活性取样、热脱附和使用 MS 或 MS-FID 的气相色谱法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

GB/T 37884—2019界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

目标挥发性有机化合物 target volatile organic compound

产品中选择和分析的单一挥发性有机化合物。

注：例如甲苯、甲醛、醇酯十二（2，2，4-三甲基-1，3-戊二醇及其异构体）等。

[来源：GB/T 37884—2019，3.1]

3.2

目标挥发性有机化合物释放量 target volatile organic compound emission

在静态密闭释放环境下，在一个或多个采样时间点，采用吸附管采样，非极性色谱柱（极性指数小于10）分离，保留时间在正己烷至正十六烷之间（包括正己烷和正十六烷）的目标挥发性有机化合物的浓度。

[来源：GB/T 37884—2019，3.2，有修改]

3.3

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

采用吸附管采样，用非极性色谱柱（极性指数小于10）对采集样品进行分析，保留时间在正己烷至正十六烷之间（包括正己烷和正十六烷）的所有挥发性有机化合物。

[来源：GB/T 37884—2019，3.3，有修改]

3.4

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

在静态密闭释放环境下，在一个或多个采样时间点，采用吸附管采样，非极性色谱柱（极性指数小于10）分离，保留时间在正己烷至正十六烷之间（包括正己烷和正十六烷）的所有挥发性有机化合物的浓度总和。

[来源：GB/T 37884—2019，3.4，有修改]

3.5

气袋法 air-bag method

气袋，模拟静态密闭释放环境，用于测定涂料（包括涂膜）及相关材料释放的挥发性有机化合物浓度。

4 原理

涂料产品按要求进行制板，并将试板在标准试验条件下养护一段时间，再置于气袋中，一定时间后，采集气袋内一定体积的气体，选用合适的分析仪器测定所采集气体中挥发性有机化合物的质量，并根据采集气体的体积，计算试板的挥发性有机化合物释放量。

5 试验准备

5.1 材料/气袋负荷比计算

材料/气袋负荷比按公式（1）计算：

$$L = \frac{S}{R} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

L ——材料/气袋负荷比，单位为平方米每立方米（ m^2/m^3 ）；

S ——试板暴露的表面积，单位为平方米（ m^2 ）；

R ——气袋容积，单位为立方米（ m^3 ）。

5.2 底材要求

除另有商定，试验用底材宜选用符合GB 11614规定的无色透明平板玻璃，尺寸为200 mm×300 mm，厚度为4 mm~6 mm，试板面积按材料/气袋负荷比为 $2.0 \text{ m}^2/\text{m}^3$ （或按供需双方商定）计算。试验用底材应在试验前清洗干净并干燥。

5.3 气袋要求

5.3.1 气袋材质与容积

气袋材质应满足惰性和密封性要求（例如全氟乙烯丙烯共聚物等材质），容积建议为50 L。不得使用有记忆效应的气袋。

5.3.2 气袋清洁

按照如下步骤在试验前对气袋进行清洁：

- 连接聚四氟乙烯（PTFE）管与气袋套管；
- 用干燥的氮气填充袋子，然后用抽样泵排空气袋；
- 重复填充和排空操作3次。

也可预先加热气袋（如80℃）以降低本底浓度。

5.3.3 气袋本底浓度测定

气袋在试验前都需要对袋内空气进行采样分析，以保证袋内的本底浓度不影响后续测定的准确性。其中，TVOC浓度应满足 $\leq 0.008 \text{ mg/m}^3$ 的要求。

6 标准试验条件

样品储藏室和试板制备间的标准试验条件为：温度 $23 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ ，相对湿度 $50\% \pm 5\%$ 。

7 取样规则

7.1 按GB/T 3186的规定取样，也可按商定方法取样。取样量根据检验需要确定，样品密封在密闭容器内，并标明取样日期。

7.2 按GB/T 20777的规定，检查和制备每一个试验样品，准备“待测”状态下的最终试验样品。

7.3 为保证试验的准确性，试验样品在制板前应在标准试验条件（见第6章）下至少放置24 h。

8 试验步骤

8.1 平行试验

所有试验均进行两次平行试验。

8.2 试板制备与养护

按涂料产品提供的施工用量和施工方法，将试验样品均匀施涂到底材（见5.2）的一个面上，除另有商定外，应在标准试验条件（见第6章）下养护。涂布率和试板养护时间要求见表1。

表1 涂布率和试板养护时间

类型	类别	涂布率/(g/m ²)	试板养护时间/d
工业涂料	木器涂料	150±3（色漆）；100±3（清漆）	7
	车辆涂料内饰件用涂料	150±3	7

表 1（续）

类型	类别		涂布率/(g/m ²)	试板养护时间/d
工业涂料	室内非工厂化防腐涂料		200±3	7
建筑涂料	内墙涂料	腻子	1000±15（液体状态下）	3
		内墙底漆	133±3（色漆）；50±3（清漆）	
		内墙面漆	250±3	
	地坪涂料	S型, R型	200±3	7
		W型	1250±33	
J型		2000±33		

涂料产品未明确施工用量和施工方法时,可用线棒涂布器进行刮涂制板。使用规格为 100 的线棒涂布器刮涂一道。

8.3 气体采集

8.3.1 将在标准试验条件（见第6章）下养护后的试板置于气袋内,密闭抽真空,再通入30 L氮气（纯度不小于99.995%）。

8.3.2 将气袋在标准试验条件（见第6章）下放置一定时间（除另有商定外,以密闭气袋时刻为0时刻计,静置时间为1 d）后,采集气袋内气体。采集气体时,应记录采样时间、采样流量、采样地点的温度和大气压力。采样前,使用流量计（附录A中A.3.6）对恒流采样器（附录A中A.3.5）进行校正。

8.4 TVOC释放量的测定

按附录A的规定进行。根据实际情况选择合适的气袋技术参数、采样条件及TVOC释放量测试条件。由于测试所用气袋的规格、测试的涂料样品类型及TVOC释放量测试的仪器类型不同,因此不可能给出测试的普遍参数,列于附录B中B.1的气袋技术参数和B.2.1的采样条件已被证明对测试室内用墙面涂料中TVOC释放量是合适的。

8.5 甲醛释放量的测定

按 GB/T 18204.2—2014 中 7.2 的规定进行。根据实际情况选择合适的气袋技术参数、采样条件及甲醛测试条件。由于测试所用气袋的规格及测试的涂料样品类型不同,因此不可能给出测试的普遍参数,列于附录B中B.1的气袋技术参数和B.2.2的采样条件已被证明对测试室内用墙面涂料中甲醛释放量是合适的。

也可采用液相色谱法进行测试。

9 试验报告

试验报告应至少包括下列内容:

- 本文件编号;
- 识别待试产品必需的全部细节,如样品名称、样品状态、配比等;
- 测试条件:气袋条件(气袋容积、温度、相对湿度等)、试板养护时间、采样时间、采用的检测器类型等;
- 与规定试验方法的任何差异;

- e) 试验结果及其表示；
- f) 试验期间中发现的异常现象；
- g) 试验日期。

CSTM标准发布使用

附 录 A
(规范性)
TVOC 释放量的测定

A.1 原理

使用吸附管采集一定体积的气袋内的气体，所采气体中的挥发性有机化合物被吸附在吸附剂上，经热解吸装置解吸附，再以非极性色谱柱（极性指数小于10）分离，氢火焰离子化检测器（FID）和/或质谱检测器（MSD）测定所采集气体中挥发性有机化合物的质量，并根据采集气体的体积，计算试板的挥发性有机化合物释放量。

A.2 试剂和材料

A.2.1 标记物：正己烷和正十六烷，纯度不小于99%（质量分数），或已知纯度。

A.2.2 目标挥发性有机化合物：正丁醇、异丁醇、苯、甲苯、乙苯、二甲苯、三乙胺、二甲基乙醇胺、2-氨基-2-甲基-1-丙醇、乙二醇、1,2-丙二醇、1,3-丙二醇、二乙二醇、乙二醇单丁醚、二乙二醇单丁醚、二乙二醇乙醚醋酸酯、二乙二醇丁醚醋酸酯、醇酯十二（2,2,4-三甲基-1,3-戊二醇及其异构体）等，纯度不小于99%（质量分数），或已知纯度。

A.2.3 甲醇：纯度不小于99%（质量分数），且不得含有A.2.2中的化合物。

A.2.4 载气：氮气或氦气，纯度不小于99.995%。

A.2.5 燃气：氢气，纯度不小于99.995%。

A.2.6 助燃气：空气。

A.3 仪器设备

A.3.1 气相色谱仪：配备FID和/或MSD。

A.3.2 石英毛细管柱（非极性）：长度至少为30 m，柱内涂覆极性指数小于10的聚二甲基硅氧烷固定相或其改性固定相的色谱柱。也可使用其他极性的色谱柱，应在报告中注明。

A.3.3 热解吸装置：能对吸附管进行热解吸，其解吸温度及载气流速可调。

A.3.4 吸附管：为玻璃管或内壁光滑的不锈钢管，管内装有约200 mg粒径为0.18 mm~0.25 mm的符合ISO 16000-6:2011中规定的吸附剂（其他类型的吸附剂也可使用，应在报告中注明）。使用前采用惰性气体（如氮气）高温老化，老化至无杂质峰为止，老化后密封保存。

A.3.5 恒流采样器：在采样过程中流量稳定，流量范围应包含0 mL/min~500 mL/min，流量波动性不超过采样流量的±5%。

A.3.6 流量计：用于校正恒流采样器，流量范围应包含0 mL/min~500 mL/min，示值误差不超过±10%。

A.3.7 微量注射器：10 μL。

A.3.8 电子天平：实际分度值d=0.1 mg。

A.4 试验步骤

A.4.1 采样

A.4.1.1 吸附管的穿透试验：串联两支吸附管采样，如后一支吸附管中检出目标挥发性有机化合物的量低于检出限，即认为吸附管没有穿透。

A.4.1.2 采样前调节恒流采样器的采样流量，且吸附管无穿透。选择合适的采样量以确保测试结果在

标准曲线的浓度范围内。

A. 4. 1. 3 采样完毕后取下吸附管，密封吸附管的两端并做好标记，然后放入密封容器中，并在 7 d 内进行测定。采样后吸附管的保存应按制造商要求进行。

A. 4. 2 测试条件

根据所用热解吸—气相色谱仪的性能及试验样品的实际情况选择合适的测试条件。由于测试结果取决于所使用的仪器，因此不可能给出测试条件的普遍参数。

GB/T 37884—2019 中附录 E 的测试条件已被证明对测试是合适的。

A. 4. 3 标准工作溶液的制备

以甲醇 (A. 2. 3) 为溶剂，将目标挥发性有机化合物配制成浓度分别约为 5 μg/μL、2. 5 μg/μL、1. 25 μg/μL、0. 625 μg/μL、0. 125 μg/μL、0. 0625 μg/μL 的标准溶液。

也可根据试验的实际需要选择合适的标准工作溶液浓度范围。

A. 4. 4 标准样品吸附管系列的制备

使用微量注射器 (A. 3. 7) 分别抽取 1 μL 标准工作溶液 (A. 4. 3)，在有 30 mL/min 的氮气通过吸附管 (A. 3. 4) 情况下，分别注入吸附管 (A. 3. 4)，5 min 后将吸附管取下并密封，完成标准样品吸附管系列的制备。

也可根据试验的实际需要抽取合适的工作溶液体积，选择合适的吹扫条件。

A. 4. 5 标准曲线的绘制

将标准样品吸附管 (A. 4. 4) 分别置于热解吸装置中，经范围为 280 °C~300 °C 的温度充分解吸后，使解吸气体由进样阀快速进入气相色谱仪进行测试，以保留时间和/或质谱图定性，以峰面积定量。其中，质谱定量时采用总离子流 (TIC) 色谱图的峰面积。以各组分 (目标挥发性有机化合物) 的质量 (μg) 为横坐标，峰面积为纵坐标，分别绘制标准曲线，并计算线性回归方程。

A. 4. 6 气袋本底测试和试板测试

采集的气袋本底吸附管和试板吸附管，按与 A. 4. 5 中相同的热解吸—气相色谱测试方法进行测试各组分 (和/或目标挥发性有机化合物) 的释放量，以保留时间和/或质谱图定性，以峰面积定量 (质谱按 TIC 图)。

测定 TVOC 释放量时，根据总峰面积，以甲苯的响应因子来定量计算。

目标挥发性有机化合物释放量以其对应的校正因子来定量计算，也可以甲苯的响应因子来定量计算。

A. 5 试验结果的计算

A. 5. 1 总则

TVOC 释放量为浓度大于或等于 0. 005 mg/m³ 的各组分加和计算。

A. 5. 2 线性回归方程

根据标准样品吸附管中各组分 (和/或目标挥发性有机化合物) 的质量及相应色谱峰的面积，通过最小二乘法拟合得到线性回归方程式，见公式 (A. 1)，其线性相关系数 r 应大于 0. 995。

$$A_i = k_i \times m + b_i \quad \dots\dots\dots (A. 1)$$

式中：

- A_i ——标准样品吸附管中组分 i 的色谱峰面积；
 k_i ——组分 i 的线性回归方程的斜率；
 m ——标准样品吸附管中组分 i 的质量，单位为微克(μg)；
 b_i ——组分 i 的线性回归方程在 Y 轴上的截距。

注：也可采用非线性校正，但需增加标准溶液系列数。

A.5.3 各组分(和/或目标挥发性有机化合物)释放量的计算

各组分(和/或目标挥发性有机化合物)的释放量,单位以毫克每立方米(mg/m^3)表示,按公式(A.2)计算:

$$C_i = \frac{m_i - m_0}{V} \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

式中:

- C_i —— i 组分的释放量,单位为毫克每立方米(mg/m^3)；
 m_i ——试板吸附管中组分 i 的质量,单位为微克(μg)；
 m_0 ——气袋本底吸附管中组分 i 的质量,单位为微克(μg)；
 V ——采样体积,单位为升(L)。

A.5.4 标准状态下各组分(和/或目标挥发性有机化合物)释放量的计算

各组分(和/或目标挥发性有机化合物)的释放量,单位以毫克每立方米(mg/m^3)表示,按公式(A.3)换算成标准状态下的释放量:

$$C_c = C_i \times \frac{101.3}{P} \times \frac{t + 273}{273} \dots\dots\dots (\text{A.3})$$

式中:

- C_c ——标准状态下 i 组分的释放量,单位为毫克每立方米(mg/m^3)；
 C_i —— i 组分的释放量,单位为毫克每立方米(mg/m^3)；
 101.3 ——标准大气压,单位为千帕(kPa)；
 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($^{\circ}\text{C}$)；
 273 ——摄氏温度与绝对温度的换算值。

A.5.5 标准状态下 TVOC 释放量的计算

标准状态下 TVOC 的释放量,单位以毫克每立方米(mg/m^3),按公式(A.4)计算:

$$C_{\text{TVOC}} = \sum_{i=1}^{i=n} C_c \dots\dots\dots (\text{A.4})$$

式中:

- C_{TVOC} ——标准状态下 TVOC 释放量,单位为毫克每立方米(mg/m^3)；
 C_c ——标准状态下 i 组分的释放量,单位为毫克每立方米(mg/m^3)。

C_{TVOC} 取两次测试结果的平均值，其相对偏差应小于15%。当平均值小于 1 mg/m^3 时，结果表示到小数点后两位；当平均值大于或等于 1 mg/m^3 时，结果表示到小数点后一位。

A.6 检出限

单一目标挥发性有机化合物释放量的检出限为 0.005 mg/m^3 （以甲苯计）。

CSTM标准发布使用

附录 B

(资料性)

50 L 气袋测试涂料的技术参数及采样条件

B.1 技术参数

B.1.1 气袋外环境温度： $23\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

B.1.2 气袋外环境相对湿度： $50\%\pm 5\%$ 。

B.1.3 底材：无色透明平板玻璃，尺寸为 $200\text{ mm}\times 300\text{ mm}$ ，应在试验前清洗干净并干燥。

B.1.4 涂布率及试板养护时间：见表 1。

B.1.5 材料/气袋负荷比： $2.0\text{ m}/\text{m}^3$ 。

B.2 采样条件

B.2.1 TVOC 释放量采样条件

B.2.1.1 采样流量： $150\text{ mL}/\text{min}$ 。

B.2.1.2 采样时间： 20 min 。

B.2.2 甲醛释放量采样条件

B.2.2.1 采样流量： $400\text{ mL}/\text{min}$ 。

B.2.2.2 采样时间： 25 min 。

附 录 C

(资料性)

起草单位和主要起草人

本文件主要起草单位：上海海关工业品和原材料检验技术中心。

本文件参加起草单位：珠海采筑电子商务有限公司、万科企业股份有限公司、东莞市万科建筑技术研究有限公司、国恒信（常州）检测认证技术有限公司、福建省产品质量检验研究院、立邦涂料（中国）有限公司、三棵树涂料股份有限公司、阿克苏诺贝尔漆油（上海）有限公司、上海金力泰化工股份有限公司、长兴材料工业（广东）有限公司、上海市涂料研究所有限公司、海洋化工研究院有限公司、南京市产品质量监督检验院、中海油常州涂料化工研究院有限公司。

本文件主要起草人：张琳、朱益旻、张兆国、姜经帅、朱洋洋、耿博、王玉鹏、李捷、黄燕、彭永森、唐玫、姚杰高、王磊、王玫玫、尹继凯、梁峙、杨娟、季军宏。

CSTM标准发布使用

参 考 文 献

- [1] GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
 - [2] GB/T 18883 室内空气质量标准
 - [3] GB/T 36803 胶黏剂挥发性有机化合物释放量的测定 袋式法
 - [4] GB 50325 民用建筑工程室内环境污染控制规范
-

CSTM标准发布使用