

ICS 83. 140. 99

G 40

上海市团体标准

T/310101002—C003—2016

学校运动场地塑胶面层有害物质限量

Limit of harmful substances of plastic and rubber sports surface for school

2016-04-30 发布

2016- 05-01 实施

上海市化学建材行业协会

发布

目次

前 言.....	I
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 要求.....	2
5 试验方法.....	4
6 检验规则.....	5
7 检测报告.....	5
附 录 A（规范性附录） 有害物质释放速率的测试（小型环境测试舱法）.....	7
附 录 B（规范性附录） 可溶性铅、镉、铬、汞含量的测试.....	10
附 录 C（规范性附录） 邻苯二甲酸酯类化合物的测试 气相色谱-质谱（GC-MS）法.....	13
附 录 D（规范性附录） MOCA 含量的测试 气相色谱-质谱（GC-MS）法.....	17
附 录 E（规范性附录） 挥发性有机化合物含量的测试 气相色谱法.....	20
附 录 F（规范性附录） 水分含量的测试.....	24
附 录 G（规范性附录） 18 种多环芳香烃含量的测试 气相色谱-质谱（GC-MS）法.....	26
附 录 H（规范性附录） 短链氯化石蜡含量的测试 气相色谱-质谱（GC-MS）法.....	29
附 录 I（规范性附录） 塑胶场地现场取样位置的确定规则.....	31
附 录 J（资料性附录） 检测报告.....	32

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。

本标准主要起草单位：上海市化学建材行业协会、上海建科检验有限公司、上海市化学建材行业协会地面铺装材料分会、上海市化学建材行业协会防水材料与施工技术分会、华东理工大学、巴斯夫聚氨酯特种产品（中国）有限公司、陶氏化学（中国）投资有限公司、上海台安实业集团有限公司。

本标准参加起草单位：上海健生运动场工程有限公司、江门市长河化工实业集团有限公司、上海汇宇精细化工有限公司、嘉兴绿能塑胶制品有限公司、上海航宽体育场设施工程有限公司、上海申奥工程有限公司、上海都佰城环保工程有限公司、福建奥翔体育塑胶科技股份有限公司、上海德鑫建筑工程有限公司。

本标准主要起草人：楼明刚、杨 勇、车燕萍、陆靖洲、傅 徽、戚春元、赵建飞、何家旭、顾嘉赞、唐 炜、林 珩、庄纪仁、刘 帅、张 量、祝丽梅、赵文海、王卫琴、陆军荣、余 询、顾爱斌、林凡秋、王 建、胡 宇、张初捷。

本标准 2016 年 4 月首次发布。

学校运动场地塑胶面层有害物质限量

1 范围

本标准规定了学校运动场地塑胶面层有害物质限量的术语和定义、要求、试验方法、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塑胶面层及其原料。其它场所使用的塑胶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 18583-2008 室内装饰装修材料 胶粘剂中有害物质限量

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6750-2007 色漆和清漆密度的测定 比重瓶法

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 14833-2011 合成材料跑道面层

GB/T18204.2-2014 公共场所卫生检验方法第2部分：化学污染物

GBZ/T160.67-2004 工作场所空气有毒物质测定 异氰酸酯类化合物

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

塑胶面层 plastic and rubber sports surface

指用粘结剂、高分子颗粒，辅以颜料、助剂、填料等合成材料经一定的施工工艺组成的或预制的面层材料，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

塑胶面层固体原料 solid raw materials for plastic and rubber sports surface

指在施工时以固体形式存在的合成材料，如黑胶颗粒、EPDM 橡胶粒或 PU 颗粒等高分子颗粒。

3.3

塑胶面层非固体原料 non-solid raw materials for plastic and rubber sports surface
指在施工时以非固体形式存在的合成材料，如粘结剂、面喷材料等。

3.4

挥发性有机化合物 volatile organic compounds (VOC)
在 101.3 kPa 标准压力下，任何初沸点低于或等于 250 °C 的有机化合物。

3.5

总挥发性有机化合物 total volatile organic compounds (TVOC)
利用 TenaxTA 采样，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 要求

4.1 塑胶面层成品中有害物质限量要求

塑胶面层成品中有害物质限量应符合表 1 的要求。

表 1 塑胶面层成品中有害物质限量技术指标

	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、乙苯总和	≤1.0
	游离甲苯二异氰酸酯 (TDI)	不得检出 ^b
	游离二苯基甲烷二异氰酸酯 (MDI)	≤0.01
有害物质含量	苯 (g/kg)	不得检出 ^c
	甲苯和二甲苯总和 (g/kg)	≤0.05
	游离甲苯二异氰酸酯 (TDI) / (g/kg)	不得检出 ^d
	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
<p>^a 苯的最低检出释放速率为 0.005 mg/m²·h。</p> <p>^b 游离甲苯二异氰酸酯 (TDI) 的最低检出释放速率为 0.001 mg/m²·h。</p> <p>^c 苯的最低检出含量为 0.02 g/kg。</p> <p>^d 游离甲苯二异氰酸酯 (TDI) 的最低检出含量为 0.1 g/kg。</p>		

4.2 塑胶面层原料中有害物质限量要求

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指标

项目	指标
甲醛/ (g/kg)	≤0.50
苯/ (g/kg)	不得检出 ^a
甲苯和二甲苯总和/ (g/kg)	≤1.0
邻苯二甲酸酯类化合物 (DBP、BBP、DEHP、DNOP、DINP、DIDP) 总和 ^b / (g/kg)	≤2
短链氯化石蜡/ (g/kg)	不得检出 ^c
游离甲苯二异氰酸酯 (TDI) / (g/kg)	不得检出 ^d
3,3'-二氯-4,4'-二氨基二苯甲烷 (MOCA) / (g/kg)	不得检出 ^e
挥发性有机化合物含量/ (g/L)	≤30
可溶性铅 ^{1/} / (mg/kg)	≤30
可溶性镉 ^{1/} / (mg/kg)	≤10
可溶性铬 ^{1/} / (mg/kg)	≤10
可溶性汞 ^{1/} / (mg/kg)	≤2
<p>^a 苯的最低检出含量为 0.02 g/kg。</p> <p>^b 6 种邻苯二甲酸酯类化合物的具体名称见附录 C。</p> <p>^c 短链氯化石蜡的最低检出含量为 1 g/kg。</p> <p>^d 游离甲苯二异氰酸酯 (TDI) 的最低检出含量为 0.1 g/kg。</p> <p>^e 3,3'-二氯-4,4'-二氨基二苯甲烷 (MOCA) 的最低检出含量为 0.5 g/kg。</p> <p>注 1: 仅对有色液体原料进行检测。</p>	

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技术指标

项目	指标
18 种多环芳烃总和 ^{a/} (mg/kg)	≤50
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
^a 18 种多环芳烃的具体名称见附录 G。	

5 试验方法

5.1 样品保存环境条件

采用温度为 (23±2) °C、相对湿度为 (50±10) %RH 的保存环境。

5.2 塑胶面层成品中有害物质限量

5.2.1 塑胶面层成品有害物质释放速率的测定按照本标准附录 A 中规定的方法进行。

5.2.2 塑胶面层成品中苯、甲苯和二甲苯总和及游离甲苯二异氰酸酯 (TDI) 的测定按 GB/T 14833-2011 中规定的方法进行, 试样制备按照本标准附录 B 中 B.5.1.1 中规定的方法进行。

5.2.3 塑胶面层成品中可溶性铅、镉、铬、汞的测定按照本标准附录 B 中规定的方法进行。

5.3 塑胶面层原料中有害物质限量

5.3.1 非固体原料中有害物质限量

5.3.1.1 非固体原料中甲醛、苯、甲苯和二甲苯总和、游离甲苯二异氰酸酯 (TDI) 的测定按 GB 18583-2008 中规定的方法进行测定。

5.3.1.2 非固体原料中邻苯二甲酸酯类化合物的测定按照本标准附录 C 中规定的方法进行。

5.3.1.3 非固体原料中短链氯化石蜡的测定按照本标准附录 H 中规定的方法进行。

5.3.1.4 非固体原料中 3,3'-二氯-4,4'-二氨基二苯甲烷 (MOCA) 的测定按照本标准附录 D 中规定的方法进行。

5.3.1.5 非固体原料中挥发性有机化合物含量的测定按照本标准附录 E 中规定的方法进行。

5.3.1.6 非固体原料中可溶性铅、镉、铬、汞的测定按照本标准附录 B 中规定的方法进行。

5.3.2 固体原料中有害物质限量

5.3.2.1 固体原料中 18 种多环芳烃总和和苯并[a]芘的测定按照本标准附录 G 中规定的方法进行。

5.3.2.2 固体原料中可溶性铅、镉、铬、汞的测定按照本标准附录 B 中规定的方法进行。

6 检验规则

6.1 见证取样

所有施工过程中使用到的塑胶面层原料及竣工后塑胶面层产品的取样,应在第三方见证的情况下进行。

6.2 取样要求

6.2.1 每项工程中同种塑胶面层为一个批次。每个批次的取样量按照表 4 中的规定进行:

表 4 塑胶面层取样量

产品铺设面积/m ²	取样数量/组	样品规格
≤1000	≥1	400 mm×500 mm×实际厚度 (mm)
1000~4000	≥2	
≥4000	≥3	

6.2.2 塑胶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 应在竣工后直接从塑胶场地上挖取样品,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。样品选取后应在 48 h 内送达实验室,并尽快开始测试。

6.2.4 塑胶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 塑胶面层原料取样量

固体原料/吨	非固体原料/L	取样数量/组	样品规格
≤10	≤5000	≥1	固体原料每组≥500 g 非固体原料每组≥250 mL
10~100	5000~10000	≥2	
≥100	≥10000	≥3	

6.2.5 塑胶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;固体原料取样后装入聚乙烯或聚四氟乙烯袋密封保存。

6.3 判定规则

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。

7 检测报告

检测报告至少应包含如下信息。

T/310101002-C003—2016

- 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)
有害物质释放速率的测试 (小型环境测试舱法)

A.1 范围

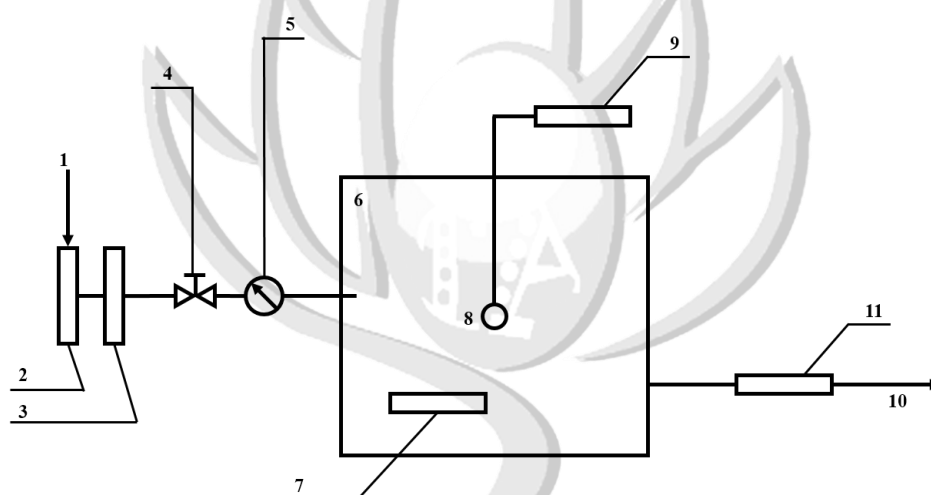
本附录规定了学校运动场地塑胶面层有害物质释放速率的测试方法。

A.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速率。

A.3 小型环境测试舱

小型环境测试舱由密封舱 (有效容积为 50 L-200 L)、空气过滤器、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 A.1 所示。



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

图 A.1 小型环境测试舱示意图

A.4 环境测试舱内试验条件

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

A.5 试样的制备

- A.5.1 受检试样到达实验室后试样应存放在温度 (23 ± 2) °C，相对湿度 (50 ± 10) %RH 的无污染环境中，并应尽快检验。
- A.5.2 试样制备时，试验环境保持清洁通风，避免试样被污染。
- A.5.3 塑胶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。
- A.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 $0.4 \text{ m}^2/\text{m}^3$ 。
- A.5.5 试样制备后应在 1 h 内置于环境测试舱内进行测试。

A.6 测试步骤

A.6.1 环境测试舱的准备

- A.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。
- A.6.1.2 在环境测试舱运行 6 次换气之后，通过空气采样检测环境测试舱的背景浓度。
- A.6.1.3 当舱内总挥发性有机化合物（TVOC）本底浓度不大于 $50 \mu\text{g}/\text{m}^3$ ，单一目标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。

A.6.2 试样的平衡

- A.6.2.1 将按 A.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。
- A.6.2.2 以试件放入环境测试舱的时刻为 0 时刻计。

A.6.3 舱内空气采样分析

- A.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。
- A.6.3.2 按照表 A.1 规定的先后次序进行舱内空气采样，采样流速不能大于环境舱供给气流的 80%。
- A.6.3.3 舱内空气采样及分析方法见表 A.1。

表 A.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
1	总挥发性有机化合物（TVOC） ¹	ISO 16000-6
	苯	
	甲苯、二甲苯、乙苯总和	
2	甲醛 ²	GB/T18204.2-2014 或 ISO16000-3
3	游离甲苯二异氰酸酯（TDI）	GBZ/T160.67-2004

游离二苯基甲烷二异氰酸酯 (MDI)
注 1: 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、十一烷之外, 其他未知峰以甲苯的响应因子计算。
注 2: 仲裁时采用 ISO16000-3 中规定的方法。

A.7 结果的计算

A.7.1 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 (A.1) 换算成标准状态下的浓度:

$$C_{Si} = C_i \times \frac{101.3}{P} \times \frac{t+273}{273} \dots\dots\dots (A.1)$$

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/m^3);

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/m^3);

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 ($^{\circ}\text{C}$)。

A.7.2 有害物质释放速率

有害物质释放速率按式 (A.2) 进行计算。

$$EF_i = \frac{C_{Si} \times V \times ACH}{S} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

EF_i —— 材料的有害物质释放速率, 单位为毫克每平方米每时 ($\text{mg}/(\text{m}^2 \cdot \text{h})$);

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/m^3);

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 (m^2);

V —— 环境舱的内体积, 单位为立方米 (m^3)。

附 录 B
(规范性附录)
可溶性铅、镉、铬、汞含量的测试

B.1 范围

本附录规定了运动场地塑胶面层及其原料中可溶性铅、镉、铬、汞元素含量的测试方法。

B.2 原理

试样用 0.07 mol/L 盐酸溶液处理，用火焰原子吸收光谱法测试试验溶液中可溶性铅、镉、铬元素的含量，用氢化物发生原子吸收光谱法测试试验溶液中可溶性汞元素的含量。也可使用满足精度要求的其它分析仪器测试处理后试验溶液中可溶性铅、镉、铬、汞的含量。

B.3 试剂

测试用水应符合 GB/T 6682-2008 中二级水的要求。

B.3.1 盐酸溶液：0.07 mol/L。

B.3.2 盐酸：约为 37 %（质量分数），密度约为 1.18 g/cm³，分析纯。

B.3.3 硝酸溶液：1 : 1（体积比）。

B.3.4 铅、镉、铬、汞标准溶液：浓度为 100 mg/L 或 1000 mg/L。

B.4 仪器

B.4.1 火焰原子吸收光谱仪：配备铅、镉、铬空心阴极灯，并装有可通入空气和乙炔的燃烧器。仪器工作条件见表 B.1。

B.4.2 氢化物发生原子吸收光谱仪：配备汞空心阴极灯，并能与氢化物发生器配套使用。仪器工作条件见表 B.1。

表 B.1 原子吸收光谱仪工作条件

元素	测试波长/nm	原子化方法	背景校正
铅 (Pb)	283.3	空气-乙炔火焰法	氘灯
镉 (Cd)	228.8	空气-乙炔火焰法	氘灯
铬 (Cr)	357.9	空气-乙炔火焰法	氘灯
汞 (Hg)	253.7	氢化物法	—
说明：实验室可根据所用仪器的性能选择合适的工作参数（如灯电流、狭缝宽度、空气-乙炔比例、还原剂品种等）使仪器处于最佳测试状况。			

B.4.3 粉碎设备：粉碎机，剪刀等。

B.4.4 尼龙筛：孔径 10 目；孔径 20 目。

B.4.5 天平：精度 0.1 mg。

B.4.6 搅拌器：搅拌子外层应为聚四氟乙烯或玻璃，用硝酸溶液（B.3.3）浸泡 24 h，然后用水清洗并干燥后使用。

B.4.7 酸度计：精度为±0.2 pH 单位。

B.4.8 微孔滤膜：孔径 0.45 μm。

B.4.9 容量瓶：25 mL、50 mL、100 mL。

B.4.10 吸量管：1 mL、2 mL、5 mL、10 mL、25 mL。

B.4.11 系列化学容器：总容量为盐酸溶液提取剂体积的 1.6 倍~5.0 倍，用硝酸溶液（B.3.3）浸泡 24 h，然后用水清洗并干燥后使用。

B.5 测试步骤

B.5.1 试样制备

B.5.1.1 塑胶面层成品试样的制备

在塑胶面层成品样品中部距样品边缘不少于 50 mm 的区域内裁取试样，裁取的试样经切割或研磨（B.4.3）后用尼龙筛（B.4.4）过筛，取 10 目至 20 目之间的颗粒。

B.5.1.2 塑胶面层非固体原料试样的制备

按产品规定的比例（稀释剂无须加入）将样品各组分混合均匀后，在玻璃板或聚四氟乙烯板（需用硝酸溶液（B.3.3）浸泡 24h，然后用水清洗并干燥）上制备厚度适宜的涂膜。待涂膜完全干燥后将其取下，在室温下用粉碎设备（B.4.3）将其粉碎，并用尼龙筛（B.4.4）过筛，取 10 目至 20 目之间的颗粒。

B.5.1.3 塑胶面层固体原料试样的制备

取 10 目至 20 目之间的颗粒，必要时试样经切割或研磨（B.4.3）后用尼龙筛（B.4.4）过筛。如颗粒直径小于 20 目，则直接按 B.5.2 进行样品处理。

B.5.2 样品处理

称取粉碎、过筛后的试样 0.5 g（精确至 0.1 mg）置于化学容器（B.4.11）中，用吸量管（B.4.10）加入 25 mL 盐酸溶液（B.3.1）。将溶液在搅拌器（B.4.6）上搅拌 1 min 后，用酸度计（B.4.7）测试其酸度，如果 pH 值 > 1.5，用盐酸（B.3.2）调节 pH 值在 1.0~1.5 之间，再在室温下连续搅拌 1h，然后放置 1h。接着立即用微孔滤膜（B.4.8）过滤，过滤后的滤液应避光保存并应在一天内完成元素分析测试。若滤液在进行元素分析测试前的保存时间需超过 1 天，应先用盐酸（B.3.2）加以稳定，使保存的溶液浓度 $c(\text{HCl})$ 约为 1 mol/L。

注 1：如改变试样的称样量，则加入的盐酸溶液（B.3.1）体积应调整为试样量的 50 倍。

B.5.3 标准工作溶液的配制

选用合适的容量瓶（B.4.9）和吸量管（B.4.10），用盐酸溶液（B.3.1）逐级稀释铅、镉、铬、汞标准溶液（B.3.4），配制下列系列标准工作溶液（也可根据仪器及测试样品的情况确定标准工作溶液的浓度范围）：

铅（mg/L）：0.0，2.5，5.0，10.0，20.0，30.0；

镉（mg/L）：0.0，0.1，0.2，0.5，1.0；

铬（mg/L）：0.0，1.0，2.0，3.0，5.0；

汞（μg/L）：0.0，10.0，20.0，30.0，40.0。

注：系列标准工作溶液应在使用的当天配制。

B.5.4 测试

用火焰原子吸收光谱仪（B.4.1）和氢化物发生原子吸收光谱仪（B.4.2）分别测试标准工作溶液的吸光度，仪器会以吸光度值和对应浓度自动绘制出工作曲线。

同时测试试验溶液的吸光度。根据工作曲线和试验溶液的吸光度，仪器自动给出试验溶液中待测元素的浓度值。如果试验溶液中被测元素的浓度超出工作曲线最高点，则应用盐酸溶液（B.3.1）对试验溶液进行适当稀释后再测试。

B.6 结果计算

B.6.1 试样中可溶性铅、镉、铬、汞元素的含量，按下列公式（B.1）计算：

$$w = \frac{(c - c_0) \times V \times f}{m} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

- w —— 试样中可溶性铅、镉、铬、汞元素的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- c_0 —— 空白溶液（B.3.1）的测试浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
- c —— 试验溶液的测试浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
- V —— 盐酸溶液（B.3.1）的定容体积，单位为毫升（mL）；
- f —— 试验溶液的稀释倍数；
- m —— 称取的试样量，单位为克（g）。

B.7 测试方法的检出限

按上述分析方法测试可溶性铅、镉、铬、汞元素含量，分析测试方法的检出限一般被认为是空白样测试值标准偏差的3倍，上述空白样测试值由实验室测试。

附 录 C
(规范性附录)

邻苯二甲酸酯类化合物的测试 气相色谱-质谱 (GC-MS) 法

C.1 范围

本附录规定了学校运动场地塑胶面层非固体原料中邻苯二甲酸酯类化合物 (DBP、BBP、DEHP、DNOP、DINP、DIDP) 含量的测试方法。

C.2 原理

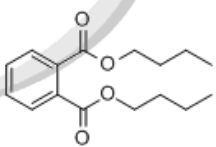
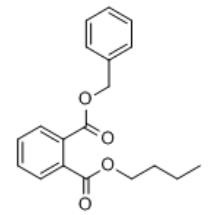
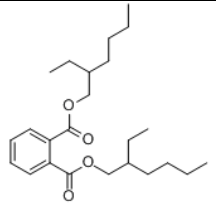
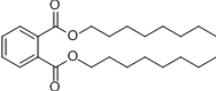
试样用乙酸乙酯或者其它合适溶剂溶解稀释后, 用气相色谱-质谱联用仪 (GC-MS) 测定, 采用总离子流色谱图 (TIC) 进行定性, 选择离子检测 (SIM) 进行定量。

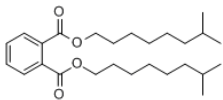
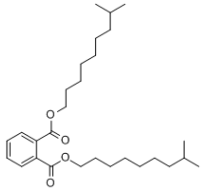
C.3 材料和试剂

C.3.1 乙酸乙酯或者其它合适溶剂: 色谱纯。

C.3.2 邻苯二甲酸酯类标准品, 纯度 $\geq 99\%$ 。本标准检测的 6 种邻苯二甲酸酯的基本信息见表 C.1。

表 C.1 本标准检测的 6 种邻苯二甲酸酯类

序号	邻苯二甲酸酯名称	英文名称 (缩写)	CAS No.	化学结构式	化学分子式
1	邻苯二甲酸二丁酯	Dibutyl phthalate (DBP)	84-74-2		$C_{16}H_{22}O_4$
2	邻苯二甲酸丁苄酯	Butyl benzyl phthalate (BBP)	85-68-7		$C_{19}H_{20}O_4$
3	邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯	Bis (2-ethylhexyl) phthalate (DEHP)	117-81-7		$C_{24}H_{38}O_4$
4	邻苯二甲酸二正辛酯	Di-n-octyl phthalate (DNOP)	117-84-0		$C_{24}H_{38}O_4$

5	邻苯二甲酸二异壬酯	Di-iso-nonyl phthalate (DINP) ^a	28553-12-0 ^b		C ₂₆ H ₄₂ O ₄
6	邻苯二甲酸二异癸酯	Di-iso-decyl phthalate (DIDP) ^a	26761-40-0 ^c		C ₂₈ H ₄₆ O ₄
<p>a DINP 和 DIDP 的化学结构式是各自同分异构体的一种。</p> <p>b CAS No.28553-12-0 是邻苯二甲酸二异壬酯 (DINP) 同分异构体的混合物。</p> <p>cCAS No.26761-40-0 是邻苯二甲酸二异癸酯 (DIDP) 同分异构体的混合物。</p>					

C.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，用乙酸乙酯或者其它合适溶剂配制成邻苯二甲酸二丁酯 (DBP)、邻苯二甲酸丁苄酯 (BBP)、邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯 (DEHP)、邻苯二甲酸二正辛酯 (DNOP) 浓度为 5 g/L，邻苯二甲酸二异壬酯 (DINP)、邻苯二甲酸二异癸酯 (DIDP) 浓度为 50 g/L 的混合标准储备溶液。

注：标准储备溶液应在 (0-4) °C 冰箱中保存，有效期 6 个月。

C.3.4 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 5 mg/L 到 100 mg/L 之间的不少于三点的混合标准工作溶液。标准工作溶液应现用现配。

C.3.5 有机系微孔滤膜：孔径 0.45 μm。

C.4 仪器设备

C.4.1 气相色谱-质谱联用仪，具有以下配置：

- 分流装置的进样口，并且气化室内衬可更换。
- 程序升温控制器。
- 检测器：已校准并调谐的质谱仪或其它质量选择检测器。

C.5 测试步骤

C.5.1 GC-MS 工作条件

由于测试结果取决于所使用的仪器，应根据仪器状况设定色谱参数，设定的参数应保证色谱测试时，被测组分与其它组分能够得到有效的分离，推荐性色谱条件为：

- 色谱柱：毛细管柱；
- 程序升温；
- 载气：氦气，纯度 ≥ 99.999%；
- 进样方式：分流进样；
- 离子源：电子电离源 (EI)；
- 电子能量：70 eV；
- 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。

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测试条件。

C.5.2 试样制备

称取 (0.2 ~0.3) g (精确至 0.1 mg) 试样置于 50 mL 的容量瓶中, 用乙酸乙酯溶解并定容, 摇匀。用微量注射器取 1 μ L 进样, 测其峰面积。若试样溶液的峰面积大于 C3.4 中最大浓度的峰面积, 则用乙酸乙酯稀释后测定, 并将稀释因子 f 代入计算公式中。

C.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 $\pm 10\%$ 的偏差; 相对丰度在 20%-50% 之间, 允许 $\pm 15\%$ 的偏差; 相对丰度在 10%-20% 之间, 允许 $\pm 20\%$ 的偏差; 相对丰度 $\leq 10\%$, 允许 $\pm 50\%$ 的偏差), 则可判断样品中存在相应的邻苯二甲酸酯类。

注: 在 C.5.1 条件下, 6 种邻苯二甲酸酯类的特征离子及其丰度比参见表 C.2。

表 C.2 本标准检测的 6 种邻苯二甲酸酯的特征离子

序号	邻苯二甲酸酯名称	选择离子 m/z	丰度比
1	邻苯二甲酸二丁酯	149,150,223,205	100:9:5:4
2	邻苯二甲酸丁苄酯	149,91,206,238	100:72:23:3
3	邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯	149,167,279,150	100:50:32:10
4	邻苯二甲酸二正辛酯	149,279,150,261,	100:18:10:3
5	邻苯二甲酸二异壬酯	149,127,293,167	100:14:9:6
6	邻苯二甲酸二异癸酯	149,141,307,150	100:21:16:10

C.5.4 定量分析

C.5.4.1 标准溶液和试液中待测试的邻苯二甲酸酯类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。

C.5.4.2 本标准采用外标法对邻苯二甲酸酯类进行定量分析。在色谱图中, 选取适当的定量选择离子(参见表 C.2) 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 (C.1) 计算样品中每种邻苯二甲酸酯的含量。

C.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避免 DNOP、DINP、DIDP 之间的相互干扰, DNOP 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。

C.6 结果计算

C.6.1 样品中每种邻苯二甲酸酯的含量按式 (C.1) 计算:

$$W_i = \frac{p_{is} \times (A_i - A_{ib}) \times V}{A_{is} \times m_s \times 10^3} \times f \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

- w_i —— 试样中邻苯二甲酸酯 i 的含量, 单位为克每千克 (g/kg);
- p_{is} —— 标准工作溶液中邻苯二甲酸酯 i 的浓度, 单位为毫克每升 (mg/L);
- A_i —— 试液中邻苯二甲酸酯 i 的峰面积或峰面积之和;
- A_{ib} —— 空白中邻苯二甲酸酯 i 的峰面积或峰面积之和;
- V —— 试液定容体积, 单位为毫升 (mL);
- A_{is} —— 标准工作溶液中邻苯二甲酸酯 i 的峰面积或峰面积之和;

m_s —— 试样质量，单位为克（g）；
 f —— 稀释因子。

C.6.2 样品中邻苯二甲酸酯类化合物的总含量按式（C.2）计算：

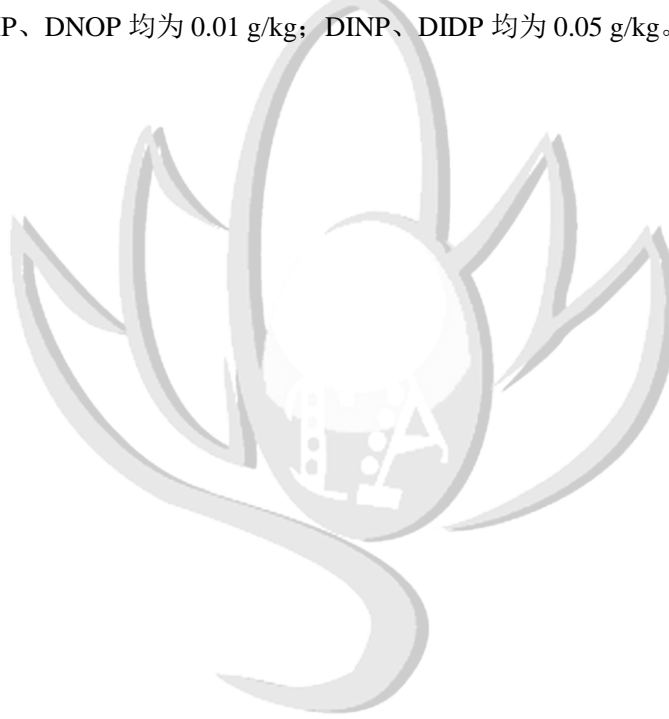
$$w = \sum w_i \dots\dots\dots (C.2)$$

式中：

w_i —— 试样中邻苯二甲酸酯*i*的含量，单位为克每千克（g/kg）；
 w —— 样品中邻苯二甲酸酯类化合物的总含量，单位为克每千克（g/kg）。

C.7 检出限

本方法 6 种邻苯二甲酸酯类含量的最低检出含量：
DBP、BBP、DEHP、DNOP 均为 0.01 g/kg；DINP、DIDP 均为 0.05 g/kg。



附 录 D
(规范性附录)
MOCA 含量的测试 气相色谱-质谱 (GC-MS) 法

D.1 范围

本附录规定了学校运动场地塑胶面层非固体原料中 3,3'-二氯-4,4'-二氨基二苯甲烷 (MOCA) 含量的测试方法。

D.2 原理

用适当的溶剂萃取试样, 萃取液经过滤后加入葱- d_{10} 作为内标物, 取适量样液用气相色谱-质谱 (GC-MS) 进行分析, 用内标法计算试样溶液中 3,3'-二氯-4,4'-二氨基二苯甲烷的含量。

D.3 材料和试剂

D.3.1 丙酮, 分析纯。

D.3.2 内标溶液

用丙酮 (D.3.1) 或者其它合适溶剂将葱- d_{10} (CAS No.: 1719-06-8) 配制成浓度约为 50 mg/L 的内标溶液。

D.3.3 标准工作溶液

用丙酮 (D.3.1) 或其它合适的溶剂将 3,3'-二氯-4,4'-二氨基二苯甲烷 (CAS No.: 101-14-4) 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。

D.3.4 混合标准溶液: 移取 1 mL 标准溶液 (D.3.3), 加入 100 μ L 内标物溶液 (D.3.2), 配制成混合标准溶液。

D.4 仪器设备

D.4.1 超声波萃取器。

D.4.2 真空过滤装置。

D.4.3 气相色谱仪, 配有质量选择检测器 (MSD)。

D.4.4 进样器: 微量注射器, 10 μ L。

D.4.4 分析天平: 精确至 0.1 mg。

D.5 分析步骤

D.5.1 超声波萃取

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 丙酮 (D.3.1) 并密封试管, 置于超声波萃取装置 (D.4.1) 中, 超声提取 10 min。提取完成后, 取出刻度试管冷却至室温并混合均匀。此提取液可依据其实际情况直接进样, 或者用丙酮 (D.3.1) 稀释后待测。

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（D.3.2）混匀后进行气相色谱-质谱分析。

D.5.2 气相色谱-质谱定性定量分析

D.5.2.1 分析条件

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；

进样口温度：250 $^{\circ}$ 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；

质谱接口温度：270 $^{\circ}$ C；

质量扫描范围：35 amu~350 amu；

进样方式：不分流进样；

载气：氦气（纯度 \geq 99.999%），流量为 1.0 mL/min；

进样量：1.0 μ L；

离化方式：EI；

离化电压：70 eV；

溶剂延迟：3.0 min。

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

D.5.2.2 定性分析

分别取 1 μ L 标准工作溶液（D.3.3）与试样溶液按 D.5.2.1 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。

D.5.2.3 定量分析

移取 1 mL 稀释后的试样溶液，加入 100 μ L 内标溶液（D.3.2）混匀后待测。然后分别取 1 μ L 混合标准溶液（D.3.4）与待测溶液按 D.5.2.1 条件进行气相色谱-质谱分析，选用选择离子方式进行定量。

D.6 计算

D.6.1 试样中 3,3'-二氯-4,4'-二氨基二苯甲烷含量按式 D.1 计算：

$$X = \frac{A \times c \times V \times A_{Sc}}{A_S \times m \times A_{SS} \times 10^3} \dots \dots \dots (D.1)$$

式中：

X —— 试样中 3,3'-二氯-4,4'-二氨基二苯甲烷的含量，单位为克每千克（g/kg）；

A —— 样液中 3,3'-二氯-4,4'-二氨基二苯甲烷的峰面积；

c —— 标准工作溶液中 3,3'-二氯-4,4'-二氨基二苯甲烷的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V —— 样液最终体积，单位为毫升（mL）；

A_{Sc} —— 标准工作溶液中内标物的峰面积；

A_S —— 标准工作溶液中 3,3'-二氯-4,4'-二氨基二苯甲烷的峰面积；

m —— 试样量，单位为克（g）；

A_{SS} —— 样液中内标物的峰面积。

D.7 检出限

本方法 3,3'-二氯-4,4'-二氨基二苯甲烷含量的最低检出含量为 0.5 g/kg。



附 录 E
(规范性附录)
挥发性有机化合物含量的测试 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非固体原料中挥发性有机化合物含量的测试方法。

E.2 原理

试样经稀释后,通过气相色谱分析技术使样品中各种挥发性有机化合物分离,定性鉴定被测化合物后,用内标法测试其含量。

E.3 材料和试剂

E.3.1 载气:氮气,氦气,纯度 $\geq 99.995\%$ 。

E.3.2 燃气:氢气,纯度 $\geq 99.995\%$ 。

E.3.3 助燃气:空气。

E.3.4 辅助气体(隔垫吹扫和尾吹气):与载气具有相同性质的氮气或者氦气。

E.3.5 内标物:试样中不存在的化合物,且该化合物能够与色谱图上其它成分完全分离。纯度至少为99%,或已知纯度。例如:十二烷、十四烷、乙二醇单丁醚、乙二醇二甲醚等。

E.3.6 校准化合物

本标准中校准化合物包括正丙醇、异丙醇、正丁醇、异丁醇、苯、甲苯、乙苯、二甲苯。纯度至少为99%,或已知纯度。

E.3.7 稀释溶剂:用于稀释试样的有机溶剂,不含有任何干扰测试的物质。纯度至少为99%,或已知纯度。例如:乙腈、甲醇或四氢呋喃等溶剂。

E.3.8 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。本标准中为己二酸二乙酯(沸点251℃)。

E.4 仪器设备

E.4.1 气相色谱仪,具有以下配置:

E.4.1.1 具有分流装置的进样口,并且气化室内衬可更换。

E.4.1.2 程序升温控制器。

E.4.1.3 检测器:可以使用下列三种检测器中的任意一种:

火焰离子化检测器(FID)。

已校准并调谐的质谱仪或其它质量选择检测器。

已校准的傅立叶变换红外光谱仪(FT-IR 光谱仪)。

E.4.1.4 色谱柱: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、聚乙二醇毛细管柱。

E.4.2 进样器:微量注射器,10 μL 。

E.4.3 配样瓶：约 20 mL 的玻璃瓶，具有可密封的瓶盖。

E.4.3 天平：精度 0.1 mg。

E.5 气相色谱测试条件

E.5.1 色谱条件 1

色谱柱（基本柱）：聚二甲基硅氧烷毛细管柱，30 m×0.32 mm×1.0 μm；

进样口温度：260℃；

检测器：FID，温度 280℃；

柱温：程序升温，45℃保持 4 min，然后以 8℃/min 升至 230℃保持 10 min；

分流比：分流进样，分流比可调；

进样量：1.0 μL。

E.5.2 色谱条件 2

色谱柱（基本柱）：6%腈丙苯基/94%聚二甲基硅氧烷毛细管柱，60 m×0.32 mm×1.0 μm；

进样口温度：250℃；

检测器：FID，温度 260℃；

柱温：程序升温，80℃保持 1 min，然后以 10℃/min 升至 230℃保持 15 min；

分流比：分流进样，分流比可调；

进样量：1.0 μL。

E.5.3 色谱条件 3

色谱柱（基本柱）：聚乙二醇毛细管柱，30 m×0.25 mm×0.25 μm；

进样口温度：240℃；

检测器：FID，温度 250℃；

柱温：程序升温，60℃保持 1 min，然后以 20℃/min 升至 240℃保持 20 min；

分流比：分流进样，分流比可调；

进样量：1.0 μL。

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测试条件。

E.6 测试步骤

E.6.1 密度

密度的测试按 GB/T6750 中规定的方法进行。

E.6.2 水分含量

水分含量的测试按附录 F 中规定的方法进行。

E.6.3 挥发性有机化合物含量

E.6.3.1 色谱仪参数优化

按 E.5 中的色谱条件，每次都应该使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.6.3.2 定性分析

定性鉴定试样中有无 E.3.6 中的校准化合物。优先选用的方法是气相色谱仪与质量选择检测器或 FT-IR 光谱仪（E.4.1.3）联用，并使用 E.5 中给出的气相色谱仪测试条件。也可利用气相色谱仪，采用火焰离子化检测器（FID）（E.4.1.3）和色谱柱（E.4.1.4），并使用 E.5 中给出的气相色谱仪测试条件，分别记录 E.3.6 中校准化合物在两根色谱柱（所选择的两个柱子的极性差别应尽可能大，例如 6%腈丙

苯基/94%聚二甲基硅氧烷毛细管柱和聚乙二醇毛细管柱)上的色谱图;在相同的色谱测试条件下对被测试样双柱定性。

E.6.3.3 校准

E.6.3.3.1 校准样品的配制:分别称取一定量的校准化合物(由 E.6.3.2 鉴定得出,精确至 0.1 mg)至配样瓶(E.4.3)中,称取的质量与待测试样中相应的含量在同一数量级;再称取与待测化合物相同数量级的内标物(E.3.5)于同一配样瓶中,用稀释溶剂(E.3.7)稀释混合物后密封配样瓶并摇匀。

E.6.3.3.2 相对校正因子的测试:在与测试试样相同的色谱测试条件下按 E.6.3.1 的规定优化仪器参数。将适当数量的校准化合物注入气相色谱仪中,记录色谱图。按下列公式分别计算每种化合物的相对校正因子:

$$R_i = \frac{m_{ci} \times A_{is}}{m_{is} \times A_{ci}} \dots \dots \dots (E.1)$$

式中:

- R_i —— 化合物 i 的相对校正因子;
- m_{ci} —— 校准混合物中化合物 i 的质量,单位为克(g);
- m_{is} —— 校准混合物中内标物的质量,单位为克(g);
- A_{is} —— 内标物的峰面积;
- A_{ci} —— 化合物 i 的峰面积。

E.6.3.3.3 若出现 E.3.6 中校准化合物之外的未知化合物色谱峰,则假设其相对于异丁醇的校正因子为 1.0。

E.6.3.4 试样的测试

E.6.3.4.1 试样的配制:称取搅拌均匀后的试样 1 g(精确至 0.1 mg)以及与被测物质量相近的内标物(E.3.5)于配样瓶(E.4.3)中,加入 10 mL 稀释溶剂(E.3.7)稀释试样,密封配样瓶(E.4.3)并摇匀。

E.6.3.4.2 按校准时的最优化条件设定仪器参数。

E.6.3.4.3 将标记物(E.3.8)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,以便按 3.4 给出的 VOC 定义确定色谱图中的积分终点。

E.6.3.4.4 将 1 μ L 试样(E.6.3.4.1)注入气相色谱仪中,记录色谱图并记录各种保留时间低于标记物的化合物峰面积(除稀释溶剂外),然后按公式(E.2)分别计算试样中所含的各种化合物的质量分数。

$$m_i = \frac{m_{is} \times A_i \times R_i}{m_s \times A_{is}} \dots \dots \dots (E.2)$$

式中:

- m_i —— 测试试样中被测化合物 i 的质量分数,单位为克每克(g/g);
- R_i —— 被测化合物 i 的相对校正因子;
- m_{is} —— 内标物的质量,单位为克(g);
- m_s —— 测试试样的质量,单位为克(g);
- A_{is} —— 内标物的峰面积;
- A_i —— 被测化合物 i 的峰面积。

E.7 计算

E.7.1 按下列公式(E.3)计算 VOC 含量:

$$VOC = \frac{\sum_{i=1}^{i=n} m_i}{1 - \rho_s \times \frac{m_w}{\rho_w}} \times \rho_s \times 1000 \dots \dots \dots (E.3)$$

式中：

VOC ——测试试样中 VOC 含量，单位为克每升 (g/L)；

m_i ——测试试样中被测化合物 i 的质量分数，单位为克每克 (g/g)；

m_w ——测试试样中水的质量分数，单位为克每克 (g/g)；

ρ_s ——试样的密度，单位为克每毫升 (g/mL)；

ρ_w ——水的密度，单位为克每毫升 (g/mL)；

1000——转换因子。

E.8 检出限

本方法挥发性有机化合物含量的检出浓度为 2 g/L。



附录 F
(规范性附录)
水分含量的测试

F.1 范围

本附录规定了学校运动场地塑胶面层非固体原料中水分含量的气相色谱测试方法。

F.2 试剂和材料

测试用水应符合 GB/T 6682-2008 中三级水的要求。

F.2.1 稀释溶剂：无水二甲基甲酰胺（DMF），分析纯；

F.2.2 内标物：无水异丙醇，分析纯；

F.2.3 载气：氢气或氮气，纯度不小于 99.995%。

F.3 仪器设备

F.3.1 气相色谱仪：配有热导检测器及程序升温控制器；

F.3.2 色谱柱：填充高分子多孔微球的不锈钢柱或具有相同效果的毛细管柱；

F.3.3 进样器：微量注射器，10 μ L；

F.3.4 配样瓶：约 10 mL 的玻璃瓶，具有可密封的瓶盖；

F.3.5 天平：精度 0.1 mg。

F.4 气相色谱测试条件

色谱柱：柱长 1 m，外径 3.2 mm，填充 177 μ m~250 μ m 高分子多孔微球的不锈钢柱或具有相同效果的毛细管柱。

汽化室温度：200 $^{\circ}$ C；

检测器：温度 240 $^{\circ}$ C，电流 150 mA；

柱温：对于程序升温，80 $^{\circ}$ C 保持 5 min，然后以 30 $^{\circ}$ C/min 升至 170 $^{\circ}$ C 保持 5 min，待异丙醇完全流出后，将柱温升至 170 $^{\circ}$ C，至 DMF 出完。若继续测试，再把柱温降到 80 $^{\circ}$ C。

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测试条件。

F.5 测试步骤

F.5.1 测试水的相对校正因子 R

在同一配样瓶（F.3.4）中称取 0.2g 左右的蒸馏水（F.2.1）和 0.2g 左右的异丙醇（F.2.3），精确至 0.1 mg，再加入 2 mL 的二甲基甲酰胺（F.2.2），密封配样瓶（F.3.4）并摇匀。用微量注射器（F.3.3）吸取 1 μ L 配样瓶（F.3.4）中的混合液注入色谱仪中，记录色谱图。按下列公式（F.1）计算水的相对校正因子 R：

$$R = \frac{W_i \times A_{H_2O}}{W_{H_2O} \times A_i} \dots\dots\dots (F.1)$$

式中:

- R —— 水的相对校正因子;
 W_i —— 异丙醇质量, 单位为克 (g);
 W_{H_2O} —— 水的质量, 单位为克 (g);
 A_i —— 异丙醇的峰面积;
 A_{H_2O} —— 水的峰面积。

若异丙醇和二甲基甲酰胺不是无水试剂, 则以同样量的异丙醇和二甲基甲酰胺 (混合液), 但不加水作为空白样, 记录空白样中水的峰面积 B 。按下列公式 (F.2) 计算水的相对校正因子 R :

$$R = \frac{W_i \times (A_{H_2O} - B)}{W_{H_2O} \times A_i} \dots\dots\dots (F.2)$$

式中:

- R —— 水的相对校正因子;
 W_i —— 异丙醇质量, 单位为克 (g);
 W_{H_2O} —— 水的质量, 单位为克 (g);
 A_i —— 异丙醇的峰面积;
 A_{H_2O} —— 水的峰面积;
 B —— 空白样中水的峰面积。

F.5.2 样品分析

称取搅拌均匀后的试样 0.6g 以及与水含量相近的异丙醇(F.2.3)于配样瓶(F.3.4)中, 精确至 0.1 mg, 再加入 2 mL 二甲基甲酰胺 (F.2.2), 密封配样瓶 (F.3.4) 并摇匀。同时准备一个不加试样的异丙醇和二甲基甲酰胺混合液作为空白样。用力摇动装有试样的配样瓶 (F.3.4) 15 min, 放置 5 min, 使其沉淀 (为使试样尽快沉淀, 可在装有试样的配样瓶 (F.3.4) 内加入几粒小玻璃珠, 然后用力摇动; 也可使用低速离心机使其沉淀。用微量注射器 (F.3.3) 吸取 1 μ L 配样瓶 (F.3.4) 中的上层清液注入色谱仪中, 记录色谱图。按下列公式 (F.3) 计算试样中的水分含量:

$$H_2O = \frac{W_i \times (A_{H_2O} - B)}{W_c \times A_i \times R} \times 100 \dots\dots\dots (F.3)$$

式中:

- H_2O —— 试样中的水分含量的质量分数, %;
 R —— 水的相对校正因子;
 W_i —— 异丙醇质量, 单位为克 (g);
 W_c —— 试样的质量, 单位为克 (g);
 A_i —— 异丙醇的峰面积;
 A —— 试样中水的峰面积;
 B —— 空白样中水的峰面积。

附录 G
(规范性附录)

18 种多环芳香烃含量的测试 气相色谱-质谱 (GC-MS) 法

G.1 范围

本附录规定了学校运动场地塑胶面层固体原料中 18 种多环芳香烃含量的测试方法。

G.2 原理

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 (GC-MS) 测试, 内标法定量。

G.3 材料和试剂

G.3.1 乙酸乙酯: 分析纯。

G.3.2 18 种多环芳香烃 (PAHs) 混合标准溶液。

G.3.3 内标溶液

G.3.3.1 内标物 1: 八氘代萘溶液 (naphthalene- d_8), 用于校正表 G.1 中 1 号 PAH。

G.3.3.2 内标物 2: 十氘代芘溶液 (pyrene- d_{10}), 或十氘代蒽溶液 (anthracene- d_{10}), 或十氘代菲溶液 (Phenanthrene- d_{10}), 用于校正表 G.1 中 2 号-10 号 PAHs。

G.3.3.3 内标物 3: 十二氘代芘溶液 (perylene- d_{12}), 或十二氘代苯并[a]芘溶液 [benzo (a) pyrene- d_{12}], 三苯基苯 (triphenylbenzene), 用于校正表 G.1 中 11 号-18 号 PAHs。

G.3.4 内标物混合溶液的配制: 移取适量内标物 1 (G.3.3.1)、内标物 2 (G.3.3.2)、内标物 3 (G.3.3.3), 用乙酸乙酯 (G.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。

G.3.5 混合标准溶液配制: 移取适量 18 种 PAHs 混合标准溶液 (G.3.2), 用乙酸乙酯 (G.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 μ L 内标物混合溶液 (G.3.4), 混合均匀。

G.4 仪器设备

G.4.1 气相色谱仪, 配有质量选择检测器 (MSD)。

G.4.2 超声波水浴装置: 在不放入金属筐时, 其功率应大于 0.28W/cm², 带有内部或外部调温器 (温控器)。

G.4.3 分析天平: 精确至 0.1 mg。

G.4.4 进样器: 微量注射器, 10 μ L。

G.5 样品制备及分析

G.5.1 样品制备

取 10 目至 20 目之间的颗粒，必要时试样经切割或研磨后用尼龙筛过筛。如颗粒直径小于 20 目，则直接按 G.5.2 进行样品处理。

G.5.2 分析步骤

G.5.2.1 提取

称取 0.2g 样品 (G.5.1)，精确至 0.1 mg，放入螺口刻度试管（带密封盖），加入 10 mL 乙酸乙酯 (G.3.1) 并密封试管，置于超声波水浴装置 (G.4.2) 中，在 60℃ 水温下超声提取 60 min。提取完成后，取出刻度试管冷却至室温并混合均匀，此提取液可依据其实际情况直接进样，或者用乙酸乙酯 (G.3.1) 稀释后用于测试。

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

G.5.3 内标标准曲线的绘制

对标准混合溶液 (G.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、待测物和对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.5.4 气相色谱-质谱分析条件

色谱柱：5% 苯基-甲基硅氧烷毛细管柱，30 m×0.25 mm×0.25 μm；

进样口温度：280℃；

柱温：程序升温，50℃ 保持 2 min，然后以 20℃/min 升至 200℃ 再以 8℃/min 升至 300℃ 保持 5.5 min；

质谱接口温度：280℃；

离子源温度：270℃；

四级杆温度：150℃；

电离方式：EI；

电离能量：70eV；

质量扫描范围：45 aum~350 aum；

测试方式：选择离子监测 (SIM)；

进样方式：不分流进样；

载气：氦气（纯度≥99.999%），流量为 1.0 mL/min；

进样量：1.0 μL；

溶剂延迟：5 min。

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

G.5.5 气相色谱-质谱定性及定量分析

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并参照表 G.1 中 18 种多环芳烃的定性离子进行定性分析。参考表 G.1 中的定量离子，采用内标法定量。

表 G.1 本标准检测的 18 种多环芳烃定性离子和定量选择离子

序号	多环芳烃名称	CAS No.	化学分子式	特征离子碎片/aum	
				定性	定量
1	萘	91-20-3	C ₁₀ H ₈	127,128,129	128
2	萘烯	208-96-8	C ₁₂ H ₈	151,152,153	152
3	蒽	83-32-9	C ₁₂ H ₁₀	152,153,154	153
4	芴	86-73-7	C ₁₃ H ₁₀	165,166,167	166
5	菲	85-01-8	C ₁₄ H ₁₀	176,178,179	178
6	蒽	120-12-7	C ₁₄ H ₁₀	176,178,179	178
7	荧蒽	206-44-0	C ₁₆ H ₁₀	101,202,203	202

8	萘	129-00-0	C ₁₆ H ₁₀	101,202,203,	202
9	苯并[a]蒽	56-55-3	C ₁₈ H ₁₂	226,228,229	228
10	蒽	218-01-9	C ₁₈ H ₁₂	226,228,229	228
11	苯并[b]荧蒽	205-99-2	C ₂₀ H ₁₂	126,252,253	252
12	苯并[k]荧蒽	207-08-9	C ₂₀ H ₁₂	126,252,253	252
13	苯并[j]荧蒽	205-82-3	C ₂₀ H ₁₂	126,252,253	252
14	苯并[a]芘	50-32-8	C ₂₀ H ₁₂	126,252,253	252
15	苯并[e]芘	192-97-2	C ₂₀ H ₁₂	125,252,253	252
16	茚并[1,2,3-cd]芘	193-39-5	C ₂₂ H ₁₂	138,276,277	276
17	二苯并[a,h]蒽	53-70-3	C ₂₂ H ₁₄	139,278,279	278
18	苯并[g,h,i]芘	191-24-2	C ₂₂ H ₁₂	138,276,277	276

G.6 结果计算

按式 (G.1) 计算待测液中多环芳烃的浓度:

$$C_i = \frac{1}{K_i} \times \frac{A_i}{A_s} \dots\dots\dots (G.1)$$

式中:

c_i —— 待测液中每种多环芳烃的浓度, 单位为毫克每升 (mg/L);

K_i —— 每种多环芳烃内标标准曲线的斜率;

A_i —— 待测液中每种多环芳烃的峰面积;

A_s —— 待测液中每种多环芳烃所对应内标物的峰面积。

按式 (G.2) 计算待测液中多环芳烃的含量:

$$X_i = \frac{c_i \times V}{m} \times f \dots\dots\dots (G.2)$$

式中:

X_i —— 试样中每种多环芳烃的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

c_i —— 待测液中每种多环芳烃的浓度, 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)。

G.7 检出限

本方法单个多环芳香烃化合物的最低检出含量为 0.1 mg/kg。

附 录 H
(规范性附录)
短链氯化石蜡含量的测试 气相色谱-质谱 (GC-MS) 法

H.1 范围

本方法规定了学校运动场地塑胶面层非固体原料中短链氯化石蜡含量的测试方法。

H.2 原理

样品经超声波萃取、弗罗里硅土柱净化,用气相色谱-质谱联用仪 (GC-MS) 进行检测,外标法定量。

H.3 材料和试剂

测试用水应符合三级水的要求。

H.3.1 正己烷,农残级。

H.3.2 丙酮,色谱纯。

H.3.3 洗脱液:正己烷-丙酮 (3:1,体积比)。

H.3.4 弗罗里硅土固相萃取小柱。

H.3.5 C₁₀-C₁₃氯化石蜡混合标准储备溶液:100 μg/mL,51.5%、55.5%、63%平均氯化程度。

H.3.6 标准工作溶液:用正己烷将氯化石蜡混合标准储备溶液配成 5 μg/mL,10 μg/mL,15 μg/mL,20 μg/mL、30 μg/mL 的工作系列溶液。

H.4 仪器设备

H.4.1 气相色谱仪,配有质量选择检测器 (MSD)。

H.4.2 进样器:微量注射器,10 μL。

H.4.3 超声波萃取仪:工作频率为 40 kHz。

H.4.4 吸量管:2 mL,5 mL,10 mL,25 mL。

H.4.5 具塞比色管:50 mL。

H.4.6 具塞锥形瓶:10 mL。

H.4.7 天平:精确度 0.1 mg。

H.5 分析步骤

H.5.1 提取

称取 0.5 g (精确至 0.1 mg) 样品于具塞比色管 (H.4.5) 中,加入正己烷定容至 25 mL,具塞后用超声波萃取仪 (H.4.3) 超声萃取 30 min,摇匀后待净化。

H.5.2 净化

先用 10 mL 正己烷淋洗活化佛罗里硅土固相萃取 SPE 小柱(H.3.4),取 2 mL 萃取液上柱,静置 5 min,用 5 mL 洗脱液(H.3.3)洗脱,用具塞锥形瓶(H.4.6)收集洗脱液,流速每秒 2 滴。将洗脱液用氮气缓缓吹干,加入 2 mL 正己烷(H.3.1),混匀待测试。

H.5.3 气相色谱-质谱定性定量分析

H.5.3.1 分析条件

色谱柱(基本柱): DB-1MS 毛细管柱, 30 m×0.25 mm×0.1 μm;

进样口温度: 300℃;

柱温: 程序升温, 80℃保持以 40℃/min 升至 300℃保持 5 min;

质谱接口温度: 280℃;

质量扫描范围: 50 amu~550 amu;

进样方式: 不分流进样;

载气: 氦气(99.999%), 流量为 2.0 mL/min;

进样量: 1.0 μL;

溶剂延迟: 2.0 min。

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

H.5.3.2 定性分析

分别取 1 μL 标准工作溶液(H.3.6)与试样溶液注入色谱仪,按 H.5.3.1 条件操作。通过比较是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。

H.5.3.3 定量分析

分别取 1 μL 各级标准工作溶液(H.3.6)与试样溶液注入色谱仪,按 H.5.3.1 条件操作,可选用选择离子方式进行定量,利用标准曲线进行定量。

H.6 计算

H.6.1 试样中短链氯化石蜡含量按式(H.1)计算:

$$X = \frac{c \times f \times V}{m \times 10^3} \dots\dots\dots (H.1)$$

式中:

X —— 试样中短链氯化石蜡的含量,单位为克每千克(g/kg);

c —— 从标准曲线上读取的试样溶液中短链氯化石蜡浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V —— 样液定容体积,单位为毫升(mL);

f —— 稀释因子;

m —— 试样量,单位为克(g)。

H.7 检出限

本方法短链氯化石蜡含量的最低检出含量为 1 g/kg。

附 录 I
(规范性附录)
塑胶场地现场取样位置的确定规则

I.1 范围

本附录规定了学校运动场地塑胶面层竣工后现场取样位置的确定规则。

I.2 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。

I.3 材料

I.3.1 卷尺：精确到 1 cm。

I.3.2 随机数筛子：符合 GB/T 10111-2008 的规定。

I.3.3 绳子等辅助工具。

I.4 试验方法

I.4.1 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。

I.4.2 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。

I.4.3 按照 GB/T 10111-2008 中 5.2.2 部分的规定，用两个随机数筛子操作一次，产生一个 1~99 的随机数 R ，若得的随机数是 00 则重新操作。

I.4.4 按照公式 (I.1) 计算取样位置中心点的横坐标

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

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，单位为 1。

I.4.5 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塑胶跑道重叠部分中适宜取样的区域。

I.4.6 挖取样品中心点应落于 I.4.5 产生的线段上，样品边缘距塑胶场地边缘距离至少 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。

I.4.7 若上述随机抽取的位置出现未浇筑塑胶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.4.4~H.4.6 的过程，直到确定合适的取样位置。

I.4.8 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能小于 10 m，否则应重复上述 H.4.4~H.4.6 的过程，直到确定合适的取样位置。

附 录 J
(资料性附录)
检测报告

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:

报告编号: xxxxxxxx

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				

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/T 29614-2013 硫化橡胶中多环芳烃含量的测定
 - [4] SN/T 2570-2010 皮革中短链氯化石蜡残留检测方法气相色谱法
-

