

中华人民共和国国家标准

GB/T 31419—2015

火灾逃生面具有毒有害物质检测方法

Test methods for hazardous substances in fire escape mask

2015-05-15 发布

2015-10-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 测试方法	1
附录 A (规范性附录) 火灾逃生面具挥发物种类测试方法	7
参考文献	14

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家安全生产监督管理总局提出。

本标准由全国个体防护装备标准化技术委员会(SAC/TC 112)归口。

本标准起草单位:北京市劳动保护科学研究所、梅思安(中国)安全设备有限公司、荆州思创科技开发有限公司、上海宝亚安全装备有限公司。

本标准主要起草人:杨文芬、宫国卓、张鹏、刘基、陈倬为、张守政、袁人煦、陈绍南、丁洁瑾、罗穆夏、刘宏娟、刘金艳、智红亮、余萌、许超。

火灾逃生面具有毒有害物质检测方法

1 范围

本标准规定了火灾逃生面具中铅、镉、六价铬及挥发物含量的检测方法。

本标准适用于不同类型火灾逃生面具中有毒有害物质的检测。

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(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 3922—2013 纺织品 色牢度试验 耐汗渍色牢度

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 测试方法

3.1 铅、镉含量

3.1.1 测试原理

称取适量样品,以灰化的方法处理后制成均匀液体,用分光光度计测定萃取液在波长 283.3 nm(或 228.8 nm)处的吸光度,根据在相同条件下确定的铅(或镉)标准工作曲线,计算试样中的铅(或镉)含量。

3.1.2 试剂

测试过程中使用符合以下规定的试剂:

- a) 硫酸:质量浓度为 98 %,分析纯;
- b) 硝酸:质量浓度为 65 %,分析纯;
- c) 冰乙酸:分析纯;
- d) 4 %乙酸(体积分数):取 40 mL 冰乙酸,用水稀释至 1 000 mL;
- e) 硝酸铅:优级纯;
- f) 氧化镉:优级纯;
- g) 液氮:工业纯;
- h) 试验用水:符合 GB/T 6682 规定的二级水。

3.1.3 仪器和设备

3.1.3.1 分析仪器

推荐采用分光光度计(波长 283.3 nm、228.8 nm),也可采用电感耦合等离子体发射光谱仪。仪器经过最优化后,应能满足:

——对铅(或镉)含量为 0.05 mg/L 的全基体校正溶液,10 次测量的标准偏差不超过 10%。

——检测限为对一个铅(或镉)含量选定为其吸光度刚超过零浓度校正溶液的吸光度的全基体溶液,进行 10 次测量的标准偏差的两倍。在类似于最终测试溶液的基体中铅(或镉)的检测限,

应不大于 0.01 mg/L。

3.1.3.2 天平

分度值 0.1 mg, 量程 0 g~10 g, 精度 1 级。

3.1.3.3 马弗炉

温度为(450±25) °C。

3.1.4 标准溶液

3.1.4.1 铅标准溶液

3.1.4.1.1 1 mg/mL 铅标准溶液

称取经 105 °C~120 °C 烘 2 h 的硝酸铅 1.598 g 置于 400 mL 烧杯中, 用 40 mL 冰乙酸温热溶解后, 冷却, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀备用。

3.1.4.1.2 100 µg/mL 铅标准溶液

准确移取 1 mg/mL 铅标准溶液 100 mL 于 1 000 mL 容量瓶中, 以 4 % 乙酸稀释至刻度, 摇匀。

3.1.4.1.3 铅标准系列溶液

准确移取 100 µg/mL 铅标准溶液 0.0 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL 分别置于 100 mL 容量瓶中, 以 4 % 乙酸稀释至刻度, 摇匀。该溶液每毫升分别含铅 0.0 µg、0.5 µg、1.0 µg、2.0 µg、3.0 µg。此标准溶液现用现配。

3.1.4.2 镉标准溶液

3.1.4.2.1 1 mg/mL 镉标准溶液

称取经 105 °C~120 °C 烘 2 h 的氧化镉 1.142 g 置于 400 mL 烧杯中, 用 40 mL 冰乙酸温热溶解后, 冷却, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀备用。

3.1.4.2.2 10 µg/mL 镉标准溶液

准确移取 1 mg/mL 镉标准溶液 10 mL 于 1 000 mL 容量瓶中, 以 4 % 乙酸稀释至刻度, 摇匀。此标准溶液现用现配。

3.1.4.2.3 镉标准系列溶液

准确移取 10 µg/mL 镉标准溶液 0.0 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL 分别置于 100 mL 容量瓶中, 以 4 % 乙酸稀释至刻度, 摇匀。该溶液每毫升分别含镉 0.00 µg、0.05 µg、0.10 µg、0.20 µg、0.30 µg。此标准溶液现用现配。

3.1.5 样品制备和萃取

样品制备和萃取按以下步骤进行:

- a) 样品按照产品使用说明书进行清洗消毒后, 将可能与人体面部接触的材料拆解, 分类别测试。
- b) 将分好的样品制成小于 10 mm×10 mm 的小块, 用液氮冷冻后用粉碎机(或采用其他等效效果的粉碎方法)将样品粉碎成粒径小于 1 mm 的颗粒。

- c) 称取(0.5±0.01) g 经粉碎后的样品于坩埚中,精确至 0.1 mg。加入 10 mL~15 mL 的硫酸,将坩埚置于电热板或砂浴上缓慢加热,直到样品熔化并变黑。再加入 5 mL 硝酸,继续加热至样品完全降解并产生白烟。冷却后将坩埚移入(450±25) °C 的马弗炉中进行灰化处理,直至碳被完全燃烧。将坩埚及其里面的物质从炉中取出,冷却至室温。加入 5 mL 硝酸,溶解,转移至 250 mL 容量瓶中,用 4 % 乙酸定容至刻度以备分析。

3.1.6 空白溶液的制备

按照 3.1.5 步骤 c) 制备空白溶液。

3.1.7 铅、镉含量的测定

将制备的铅(或镉)标准系列溶液,在分光光度计上测量其吸光度,绘制吸光度-浓度标准曲线。同时,在仪器工作条件相同的情况下测量试样溶液和空白溶液的吸光度,直接由标准曲线上查得溶液中铅(或镉)的浓度。如果溶液的吸光度大于铅(或镉)标准溶液的最大吸光度,可用 4 % 乙酸适当稀释,使试液的吸光度落在标准曲线的线性范围内,然后再测其吸光度。做两个平行试验。

3.1.8 铅、镉含量的计算

试样中的铅(或镉)含量以质量分数 $w(\%)$ 表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{c_1 - c_0}{m \times 4\,000} \times F \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c_1 ——从标准曲线中读出的试样萃取液中铅(或镉)浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

c_0 ——从标准曲线中读出的空白溶液中铅(或镉)浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

m ——试样质量,单位为克(g);

F ——稀释因子,根据加入稀释的 4 % 乙酸计算。

取两次检测结果的平均值作为试验结果。

3.2 六价铬含量

3.2.1 测试原理

试样用碱性汗液在一定温度下萃取,将萃取液在碱性条件下用二苯基碳酰二肼显色,用分光光度计测定显色后的萃取液在 540 nm 波长下的吸光度,计算出试样中六价铬的含量。

3.2.2 试剂

测试过程中使用符合以下规定的试剂:

- 碱性汗液:根据 GB/T 3922—2013 中 4.3 配制碱性试液,试液应现配现用;
- 试验用水:符合 GB/T 6682 规定的二级水;
- 显色剂:称取 1 g 二苯基碳酰二肼($\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{N}_4$,分析纯),溶于 100 mL 丙酮中,加 1 滴冰乙酸,溶液应放在棕色瓶内,置于 4 °C 条件下保存,有效期为 2 周;
- (1+1)磷酸溶液:磷酸(H_3PO_4 ,密度为 1.69 g/mL,分析纯)与水等体积混合;
- 重铬酸钾:优级纯;
- 液氮:工业纯。

3.2.3 仪器和设备

3.2.3.1 分析仪器

分光光度计(波长 540 nm)。仪器经过最优化后,应能满足:

- 对六价铬含量为 0.05 mg/L 的全基体校正溶液,10 次测量的标准偏差不超过 10%。
- 检测限为对一个六价铬含量选定为其吸光度刚超过零浓度校正溶液的吸光度的全基体溶液,进行 10 次测量的标准偏差的两倍。在类似于最终测试溶液的基体中六价铬的检测限,应不大于 0.01 mg/L。

3.2.3.2 天平

分度值 0.1 mg,量程 0 g~10 g,精度 1 级。

3.2.3.3 恒温水浴振荡器

振荡频率为(50±10) r/min,温度为(37±2) °C。

3.2.4 六价铬标准溶液

3.2.4.1 六价铬标准储备溶液(1 000 mg/L)

重铬酸钾在(102±2) °C 下干燥(16±2) h 后,称取 2.829 g 置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。除非另有规定,标准储备溶液在常温 15 °C~25 °C 下,保存期为 6 个月,当出现浑浊、沉淀或颜色有变化等现象时,应重新制备。

3.2.4.2 六价铬标准工作溶液(100 µg/mL)

移取 100 mL 标准储备溶液于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,此溶液需当天进行配制。

3.2.5 样品制备和萃取

样品制备和萃取按以下步骤进行:

- a) 样品按照产品使用说明书进行清洗消毒后,将可能与人体面部接触的材料拆解,分类别测试。
- b) 将分好的样品制成小于 10 mm×10 mm 的小块,用液氮冷冻后用粉碎机(或采用其他等效效果的粉碎方法)将样品粉碎成粒径小于 1 mm 的颗粒。
- c) 称取(1±0.01) g 试样(准确至 0.1 mg)放入 250 mL 带有密封瓶塞的广口瓶中,加入 100 mL 碱性汗液,用手充分摇荡约 30 s,使试样均匀润湿,然后在振荡器恒温(37±2) °C 振荡 30 min。在转移萃取液前让萃取物沉降。如果从悬浮液中将萃取液转移出来比较困难,可以用洁净、干燥、无吸附的筛网(如尼龙布或粗糙的多孔玻璃过滤器)进行过滤,或者进行离心分离。

3.2.6 工作标准曲线的绘制

工作标准曲线的绘制按以下步骤进行:

- a) 分别取 0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL 六价铬标准工作溶液于 50 mL 的容量瓶中,加入碱性汗液稀释至刻度,配制成浓度为 0.0 µg/mL、4.0 µg/mL、8.0 µg/mL、12.0 µg/mL、16.0 µg/mL 的溶液。
- b) 分别取步骤 a) 中不同浓度的溶液 20 mL,加入 1 mL 显色剂和 1 mL 磷酸溶液,摇匀;另取 20 mL 的碱性汗液,加入 1 mL 显色剂和 1 mL 磷酸溶液作为空白溶液。室温下显色 15 min,在 540 nm 波长下测定吸光度。

c) 以吸光度为纵坐标,六价铬离子浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)为横坐标,绘制标准工作曲线。

3.2.7 六价铬含量的测定

六价铬含量按以下步骤测定:

- a) 移取 20 mL 萃取液,加入 1 mL 磷酸溶液后,再加入 1 mL 显色剂混匀;另取 20 mL 碱性汗液,加入 1 mL 显色剂和 1 mL 磷酸溶液作为空白参比溶液。室温下避光放置 15 min,在 540 nm 波长下测定显色后样液的吸光度,直接由标准曲线上查得萃取液中六价铬的浓度。如果萃取液的吸光度大于六价铬标准溶液的最大吸光度,可用碱性汗液适当稀释,使试液的吸光度落在标准曲线的线性范围内,然后再测其吸光度。
- b) 试样掉色严重并影响到测试结果时,可用硅镁吸附或用其他合适的方法,去除颜色干扰后,再按 3.2.7 步骤 a)测定,并在实验报告中说明。
- c) 做两个平行试验。

3.2.8 结果计算

根据式(2)计算试样中可萃取的六价铬含量,以质量分数 $w(\%)$ 表示:

$$w = \frac{c_1 - c_0}{m \times 10\,000} \times F \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c_1 ——从标准曲线中读出的试样萃取液中六价铬浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

c_0 ——从标准曲线中读出的空白溶液中六价铬浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

m ——试样质量,单位为克(g);

F ——稀释因子,根据加入稀释的碱性溶液计算。

取两次检测结果的平均值作为试验结果。

3.2.9 回收率的测定

3.2.9.1 基体的影响

移取 3.2.5 所制备的样液 10 mL,加入适当体积的六价铬标准溶液,使得溶液中六价铬的量接近于原样液中六价铬的量的 2 倍($\pm 25\%$)。添加的六价铬标准溶液的浓度的选择方法是,添加六价铬标准溶液后溶液的最终体积不超过 11 mL。加入六价铬标准溶液后的溶液用与试液相同的方法处理。吸光度应在标准曲线范围内,否则减小体积重做,回收率应大于 80%。

3.2.9.2 脱色剂的影响

移取一定体积的六价铬标准溶液至 100 mL 容量瓶中,使得该溶液中六价铬含量与试样中的相当,用碱性汗液稀释至刻度。用与样液相同的方法处理该溶液,并使用相同的方法测量该溶液中的六价铬含量,与计算结果相比较,如果样品中未检出六价铬,那么该溶液的浓度应小于 $6\ \mu\text{g}/100\ \text{mL}$,回收率应大于 90%,如果回收率小于或等于 90%,则该脱色材料不适合本方法。

注 1: 如果添加的六价铬不能被检测到,表明样品中有还原剂,在这种情况下,如果按 3.2.9.2 所得的回收率大于 90%,那么可以得出结论,样品中不含有六价铬(低于检测限)。

注 2: 回收率表明试验步骤是否可行或基体效应是否影响检测结果,通常回收率大于 80%。

3.2.9.3 回收率的计算

根据式(3)计算回收率 $R(\%)$:

$$R = \frac{c_{10} - c_1}{c_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

c_{10} ——加入六价铬标准溶液的试液中的六价铬浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

c_1 ——未加入六价铬标准溶液的试液中的六价铬浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

c_0 ——加入标准溶液中的六价铬的量,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)。

3.3 挥发物含量

3.3.1 挥发物总量

3.3.1.1 测试原理

称取一定量的样品,在鼓风干燥箱中烘烤一定时间,在此过程中的质量损失为挥发物含量。

3.3.1.2 仪器和设备

3.3.1.2.1 鼓风干燥箱

温度(200 ± 2) $^{\circ}\text{C}$,精度 ± 2 $^{\circ}\text{C}$ 。

3.3.1.2.2 天平

分度值 0.1 mg,量程 0 g~50 g,精度 1 级。

3.3.1.3 样品的制备

按照产品使用说明书对样品进行清洗消毒后,将橡胶(塑料或橡塑)材料拆解分类,并将分好的样品制成小于 5 mm \times 5 mm 的小块。

3.3.1.4 挥发物总量测试步骤

挥发物总量按以下步骤测试:

- a) 称取样品(10 ± 0.1) g(准确至 0.1 mg);
- b) 将鼓风干燥箱升温并控制在(200 ± 2) $^{\circ}\text{C}$,将样品平铺放入鼓风干燥箱中,鼓风以保持空气循环;
- c) 经 $1 \text{ h} \pm 5 \text{ min}$ 后取出样品,并置于干燥器中冷却至室温后称量;
- d) 做 3 个平行试验。

3.3.1.5 结果计算

按式(4)计算样品中的挥发物总量 $w(\%)$:

$$w = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_0 ——试样初始质量,单位为克(g);

m_1 ——试样在鼓风干燥箱中处理后的质量,单位为克(g)。

取 3 次检测结果的平均值作为试验结果。

3.3.2 挥发物种类

挥发物种类的测试见附录 A。

附录 A
(规范性附录)
火灾逃生面具挥发物种类测试方法

A.1 测试原理

利用环形炉模拟燃烧环境,通过采样分析研究样品在此过程中散逸的挥发物。

A.2 设备

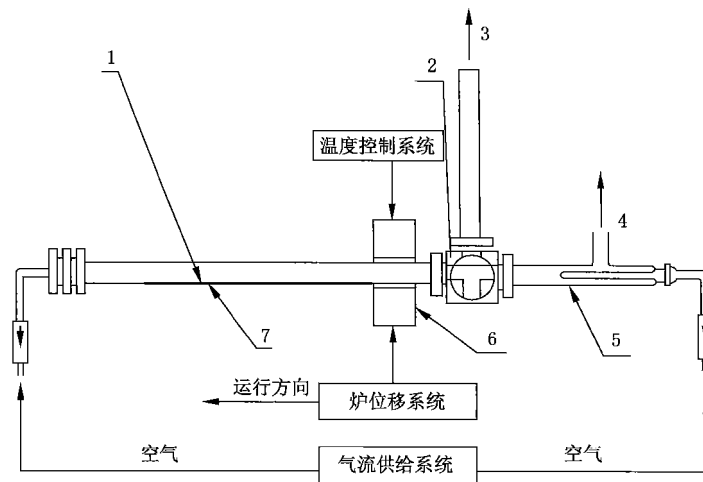
A.2.1 总体结构

由烟气发生系统,烟气采样系统,气体分析系统 3 部分组成。

A.2.2 烟气发生系统

A.2.2.1 烟气发生系统结构

烟气发生系统包括环形炉、石英管、石英舟、温度控制系统、炉位移系统、气流供给系统和烟气采集配给组件。烟气发生系统结构见图 A.1。



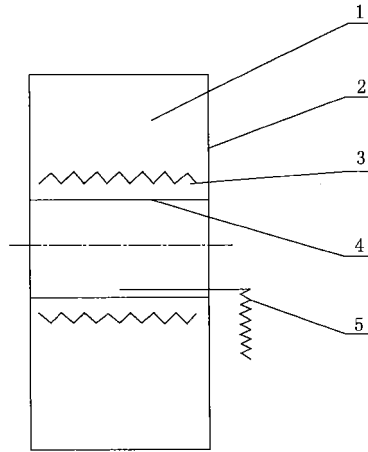
说明:

- 1——试样石英舟;
- 2——三通旋塞;
- 3——烟气回收系统接口;
- 4——烟气采样系统接口;
- 5——配气管;
- 6——环形炉;
- 7——石英管。

图 A.1 烟气发生系统结构图

A.2.2.2 环形炉

环形炉结构如图 A.2 所示,由炉壳、炉体、炉管和电加热丝组成,环形炉炉管内壁为供热面,炉管内径为 (47 ± 1) mm,长度为 100 mm~110 mm,电加热丝绕组及功率应满足 A.3.1 的要求。



说明:

- 1——炉体;
- 2——炉壳;
- 3——电加热丝;
- 4——炉管;
- 5——控温热电偶。

图 A.2 环形炉结构示意图

A.2.2.3 石英管及石英舟

石英管及石英舟由石英玻璃制成,石英舟如图 A.3 所示,石英管公称通径为 (36 ± 1) mm,管壁厚 (2 ± 0.5) mm,长度 1 000 mm~1 300 mm。

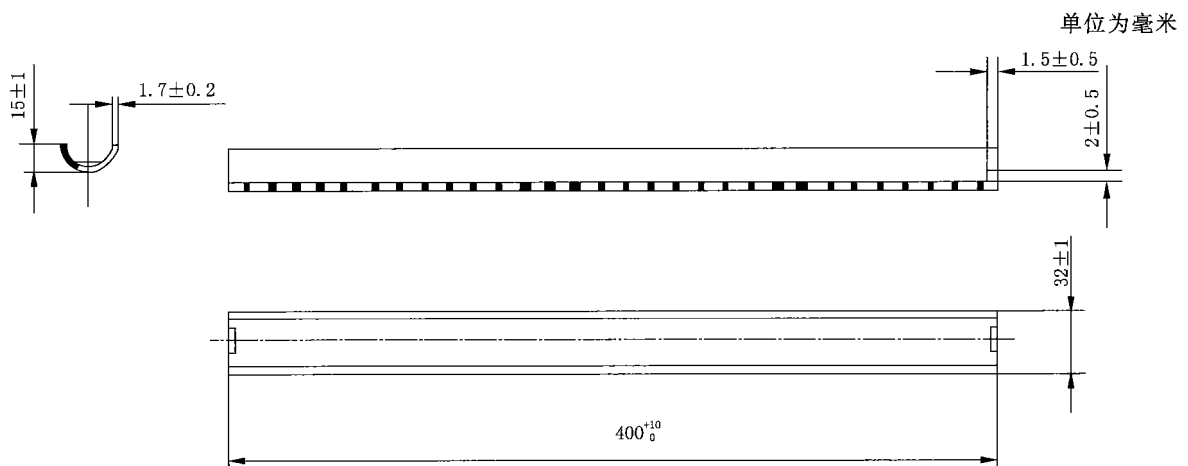


图 A.3 石英舟结构示意图

A.2.2.4 温度控制系统

温度控制系统由控温热电偶、冷端温度补偿器和温度控制器组成。

- a) 控温热电偶:控温热电偶为外径 1 mm 的铠装 K 型热电偶,其测试端应紧贴在环形炉中段内壁表面,冷端应经冷端温度补偿后于温度控制器连接。
- b) 温度控制器:温度控制器的控温方式宜采用比例微分积分(P.I.D)温度控制方式,满足对环形炉内壁温度静止时波动在 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$,运行时波动温度在 $\pm 2.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的要求。

A.2.2.5 环形炉位移控制系统

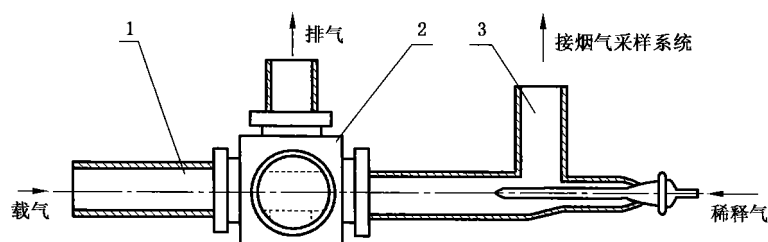
环形炉位移控制系统应满足使环形炉位移速率在 $(10\pm 0.1)\text{ mm/min}$,可移动距离 $\geq 600\text{ mm}$ 的要求。

A.2.2.6 载气和稀释气体供给系统

载气和稀释气体供给系统由洁净空气和可调节的 2.5 级气体流量计及输气管线组成。

A.2.2.7 烟气采集配给组件

烟气采集配给组件如图 A.4 所示,由三通旋塞、稀释气输入管和配气弯管组成,所有烟气流经管公称通径为 $(36\pm 1)\text{ mm}$,管壁厚 $(2\pm 0.5)\text{ mm}$ 。



说明:

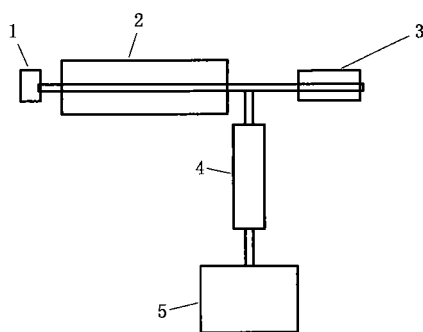
- 1——石英管;
2——三通旋塞;
3——配气弯管。

图 A.4 烟气配给组件示意图

A.2.3 烟气采样系统

A.2.3.1 烟气采样系统结构

烟气采样系统的结构如图 A.5,包括颗粒物过滤器、气体加热管、三通阀、废气吸收过滤装置、气体采样管、气体采样泵组成。



说明：

- 1——颗粒物过滤器；
- 2——气体加热管；
- 3——废气吸收过滤装置；
- 4——气体采样管；
- 5——气体采样泵。

图 A.5 烟气采样系统结构图

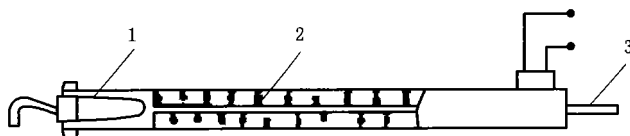
A.2.3.2 采样系统材质

采样系统所使用的材质应满足：

- a) 不吸收,也不与待测污染物起化学反应；
- b) 不被排气中的腐蚀成分腐蚀；
- c) 在排气温度和流速下保持足够的机械强度,气体导管的内径应大于 6 mm。采样系统的气体导管可以使用的材质包括不锈钢、硬质玻璃、陶瓷、石英。

A.2.3.3 气体加热管

气体加热管结构如图 A.6 所示,包括颗粒物过滤器、加热丝、气体导管 3 部分,颗粒物过滤器中使用的滤料应能够阻挡烟尘中的尘粒,滤料的选择应不与待测污染物起化学反应,并能耐受高温排气,可以使用无碱玻璃棉或硅酸铝纤维。



说明：

- 1——颗粒物过滤器；
- 2——加热丝；
- 3——气体导管。

图 A.6 气体加热管结构图

为了防止采集气体中的高沸点物质在管路中冷凝,需要使用加热管对气体进行加热,加热管的温度应设为 150 ℃。加热可采用电加热,宜采用低压电源,且系统应具有良好的绝缘性能。保温材料可以使用石棉或矿渣棉。

A.2.3.4 气体采样管

气体采样管的壳体应使用不与气体物质反应的不锈钢或玻璃制成,内部填充活性炭作为吸附介质。

A.2.3.5 气体采样泵

气体采样泵应能够与气体采样管配合使用,并能提供适合流量的气流以实现采样。

A.2.4 分析仪器

使用气相色谱-质谱联用仪或其他等效的仪器进行测定。仪器经最优化后,其最低精度应满足:

- a) 同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行的测试,获得的两次独立测试结果的绝对差值均不大于这两个测定值的算术平均值的 10%,以大于这两个测定值的算术平均值的 10% 的情况不超过 5% 为前提。
- b) 仪器的检测限应不大于 10×10^{-6} 。

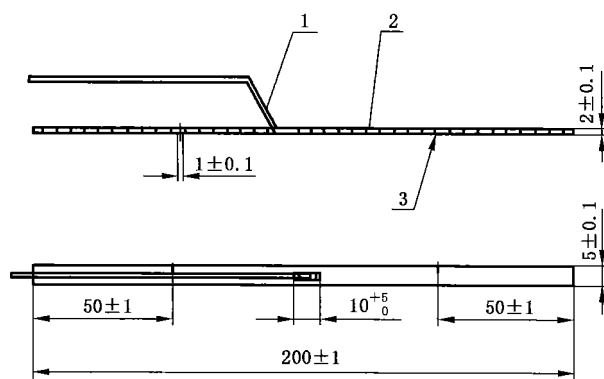
A.3 测试步骤

A.3.1 环形炉供热强度的校准

a) 校温参照物

环形炉供热强度校准所使用的校温参照物如图 A.7 所示,由外径为 1 mm 的 K 型铠装热电偶 (2 级) 和 1 Cr18Ni9Ti 材料感温片经高熔银焊焊接而成。

单位为毫米



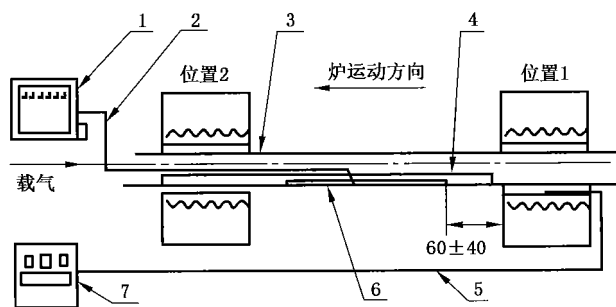
说明:

- 1——热电偶;
- 2——参照物;
- 3——支撑足。

图 A.7 校温参照物

b) 环形炉供热强度校准步骤

如图 A.8 所示安放校温参照物,连接温度记录仪,选择载气流量为 5 L/min,设定环形炉内壁温度为 800 °C,让环形炉升温,使静态温度控制在 ± 1.0 °C,并维持至少 2 min。运行炉子对校温参照物进行扫描加热,记录校温参照物测得的时间-温度曲线,应满足表 A.1 要求。



说明:

- 1——温度记录仪;
- 2——校温热电偶;
- 3——石英管;
- 4——石英舟;
- 5——控温热电偶;
- 6——校温参照物;
- 7——温度控制系统。

图 A.8 安装校温参照物示意图

表 A.1 环形炉供热强度规定

测量时间/min	$t_{\theta_{\max}}^{-10}$	$t_{\theta_{\max}}^{-5}$	$t_{\theta_{\max}}$	$t_{\theta_{\max}}^{+5}$	$t_{\theta_{\max}}^{+10}$
测量温度占 θ_{\max} 的百分率/%	15 ± 10	65 ± 10	100	70 ± 10	45 ± 10
注: θ_{\max} 为峰值温度; $t_{\theta_{\max}}$ 为峰值温度 θ_{\max} 出现的时刻。					

A.3.2 试样制备

对样品按照产品使用说明书进行清洗消毒后,将橡胶(塑料或橡塑)材料拆解分类,并将分好的样品制成小于 5 mm × 5 mm 的小块,混匀,称取 20 g(精确至 0.01 g),将样品均匀铺在石英试样舟内。

A.3.3 烟气制取

烟气制取按以下步骤进行:

- a) 开启气体采样系统电源,对气体加热管和气体分析仪器进行预热。
- b) 调节环形炉到合适位置(见图 A.8,位置 1),开启环形炉至 800 °C。静态温度控制在 ± 1.0 °C 并稳定 2 min 后,将试样均匀放置在石英舟内,将石英舟装入石英管,使试样前端距环形炉 20 mm,调节空气流量至 5 L/min,开启环形炉位移系统,对试样进行扫描加热。
- c) 当环形炉行进到试样前端开始计时,旋转三通旋塞,使烟气进入气体采样系统,通气 5 min 后,开启烟气采样装置,对烟气进行采样。
- d) 环形炉越过试样后,停止加热,取出试样残余物,冷却并处理。为准备下一次实验,环形炉应回复原位,如有必要,可进行环形炉反运行,以对石英管或石英舟进行清洁。

A.3.4 挥发物采样

打开采样泵,控制气体流量,使气体能够均匀进入气体采样管中。采样完成后,关闭气体采样泵,调节三通旋塞,将气体通过废气吸收过滤装置进行处理后排出。

A.3.5 挥发物种类分析

利用气相色谱-质谱联用仪或其他适当的分析仪器对采样管中吸附的物质进行分析。气相色谱-质谱联用仪的测试条件见 A.3.6。

A.3.6 气相色谱-质谱联用仪测试条件

气相色谱-质谱联用仪的测试条件如下：

- a) 色谱柱:DB-17 MS 30 m×0.25 mm×0.1 μm,或适宜的色谱柱;
- b) 柱温:50 °C(2 min) $\xrightarrow{30\text{ °C/min}}$ 220 °C(1 min) $\xrightarrow{6\text{ °C/min}}$ 260 °C(1 min);
- c) 进样口温度:270 °C;
- d) 色谱-质谱接口温度:260 °C;
- e) 载气:氦气(≥99.999 %),恒流模式,柱流量:1.4 mL/min;
- f) 离化方式:EI;
- g) 离化电压:70 eV;
- h) 测定方式:选择全扫描方式;
- i) 进样方式:分流进样,分流比 10:1,1.2 min 后开阀;进样量:1 μL;
- j) 离子源温度:200 °C。

参 考 文 献

- [1] GB/T 16157—1996 固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法
 - [2] GB/T 20285—2006 材料产烟毒性危险分级
 - [3] SN/T 2267—2009 橡胶及其制品中镉含量的测定 原子吸收光谱法
 - [4] BS 7164-30.1:1997 Chemical tests for raw and vulcanized rubber—Methods for determination of lead content—Section 30.1 Atomic absorption spectrometry
 - [5] BS EN 62321:2009 Electrotechnical products—Determination of levels of six regulated substances (lead, mercury, cadmium, hexavalent chromium, polybrominated biphenyls, polybrominated diphenyl ethers)
 - [6] BS ISO 248-1:2011 Rubber, raw. Determination of volatile-matter content. Hot-mill method and oven method
-

中华人民共和国
国家标准
火灾逃生面具有毒有害物质检测方法
GB/T 31419—2015

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 28 千字
2015年3月第一版 2015年3月第一次印刷

*

书号: 155066·1-51375 定价 21.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 31419-2015