

ICS 37.100.20
G 81



中华人民共和国国家标准

GB/T 33871—2017

墨粉中总挥发性有机化合物(TVOC)、苯和 苯乙烯的测定 热脱附-气相色谱法

Test method of total volatile organic compounds(TVOC), benzene and styrene
in toner—Thermal desorption-chromatography

2017-07-12 发布

2018-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国复印机械标准化技术委员会(SAC/TC 147)归口。

本标准起草单位：湖北鼎龙化学股份有限公司、国家办公设备及耗材质量监督检验中心、珠海天威飞马打印耗材有限公司、夏普办公设备(常熟)有限公司、理光图像技术(上海)有限公司深圳分公司、兄弟(中国)商业有限公司、天津市合成材料工业研究所有限公司、东莞市东电检测技术有限公司、天津市中环天佳电子有限公司。

本标准主要起草人：鲁丽平、安博群、张希平、王强、刘生应、何刚、王雪辉、余江、张明耀。

墨粉中总挥发性有机化合物(TVOC)、苯和 苯乙烯的测定 热脱附-气相色谱法

1 范围

本标准规定了采用热脱附-气相色谱法测定墨粉中 TVOC、苯和苯乙烯含量的方法。
本方法适用于墨粉中 TVOC、苯和苯乙烯的测定。

2 原理

将填有墨粉样品的热脱附管装在热脱附仪上直接加热,样品内的挥发性有机物随着惰性载气进入低温的捕集阱,捕集阱迅速加热到高温,气化的有机物随载气进入气相色谱仪检测分析,用外标法定量计算。

3 试剂和材料

3.1 甲醇、正己烷和正十六烷,纯度为色谱纯及以上。

3.2 标准溶液: $c=1\ 000\ \text{mg/L}$,可直接购买有证标准溶液,也可用标准物质配制。目标化合物:苯、苯乙烯、甲苯、正丁醇、间二甲苯、邻二甲苯、对二甲苯、乙苯、正十一烷、苯甲醛、正丙基苯、异丙基苯、丙烯酸酯(如丙烯酸甲酯、乙酯、丁酯等)。

注:针对样品中所含挥发物种类不同可适当增加或减少挥发物种类。

3.3 脱附管:不锈钢或玻璃材质脱附管,及与脱附管配套的聚四氟乙烯(PTFE)管,去硅烧化的玻璃棉。

3.4 吸附剂:Tenax TA 或其他等效吸附剂。

3.5 移液管或移液枪:1 mL,5 mL,10 mL;容量瓶:100 mL。

3.6 载气:氦气或氮气,纯度满足气相色谱或气质联用仪分析要求,使用前需经过净化处理。

3.7 氢气:纯度满足要求,使用前需经过净化处理。

3.8 空气:应无腐蚀性杂质,使用前需经过净化处理。

4 仪器设备

4.1 气相色谱仪或气质联用仪

4.1.1 检测器:氢火焰离子化检测器(FID)或质量分析器(MS)。

4.1.2 毛细管色谱柱。

4.1.3 数据处理系统或等效系统,用于采集及处理气相色谱信号。

4.2 热脱附仪

具有二级脱附功能。

4.3 天平

精度为 0.000 01 g。

5 样品管准备

5.1 标准管填充

每根填充 Tenax TA 吸附剂 0.20 g~0.26 g,按照管外部的金属指示卡条确定填充长度,两端塞上玻璃棉固定。也可以购买商品化的标准管。

5.2 标准管老化

老化温度为 300 ℃,每根管在流速为 100 mL/min 的氮气或其他惰性气体下,老化 1 h~2 h。老化可在热脱附仪上直接进行或单独配备老化装置。

注:老化条件也可使用厂家推荐的条件。

5.3 样品管填充

向 PTFE 管内填充 5 mg~10 mg(精确到 0.01 mg)的墨粉样品,两端用玻璃棉固定,将填好的 PTFE 管装在热脱附管内。或者直接向热脱附管内填充墨粉样品,热脱附管两端用玻璃棉固定。墨粉样品及玻璃棉的紧密程度要合适,墨粉既不能掉落,玻璃棉也不能影响 VOC 的挥发测定。

6 仪器参考条件

6.1 热脱附仪条件

样品管脱附温度 130 ℃;脱附时间 30 min;脱附流量 30 mL/min;捕集阱-30 ℃~280 ℃;进口分流 0 mL/min;出口分流 5 mL/min;色谱柱流量 2 mL/min。

6.2 色谱分析条件

色谱柱:涂层为 100%聚二甲基硅氧烷,长 60 m,内径 0.32 mm,膜厚 1.0 μm。

检测器温度:280 ℃,或厂家推荐的其他合适温度。

升温程序:50 ℃,5 ℃/min 到 200 ℃,10 ℃/min 到 280 ℃,保持 22 min。

载气:氮气。

FID 燃气和助燃气流速:氢气,30 mL/min;空气,300 mL/min。

注:使用者也可以在厂家规定的仪器使用范围内,选择其他合适的仪器条件。

7 测试步骤

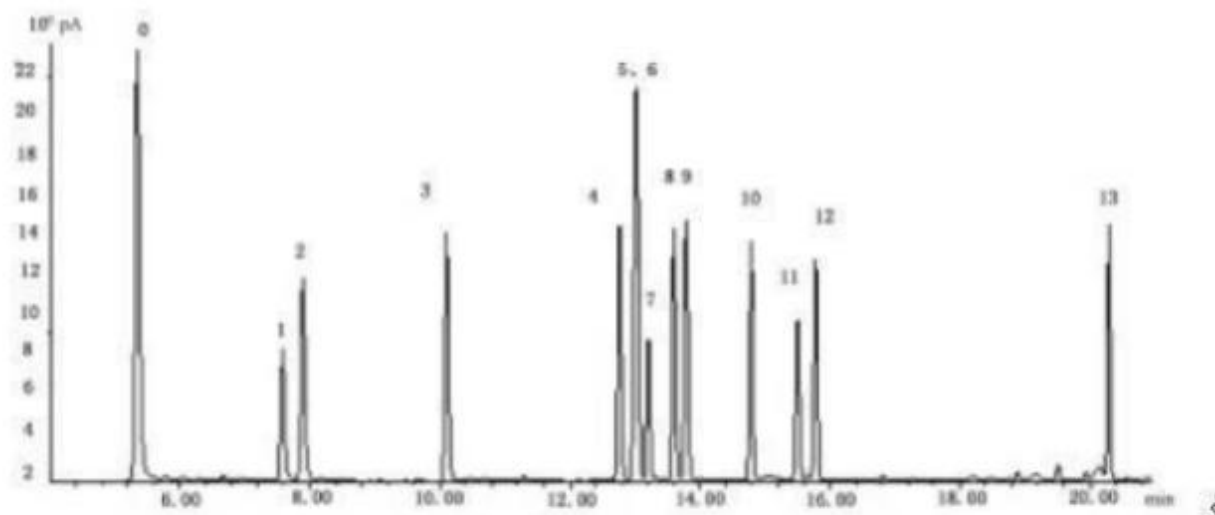
7.1 标准曲线绘制

用移液器分别移取一定量的标准溶液(3.2)至甲醇(3.1)中,配制目标浓度分别为 25 mg/L、50 mg/L、100 mg/L、200 mg/L 和 300 mg/L 的标准系列。设置氮气或其他惰性气体流量 100 mL/min。用微量注射器移取 1 μL 上述标液注射到标准管内,保持 5 min。迅速拔下注射器,制成目标物含量分别为 25 ng、50 ng、100 ng、200 ng 和 300 ng 的标准管。

按 6.1 和 6.2 的操作条件检测标准管,得色谱图。以目标化合物质量为横坐标,对应的响应值为纵坐标,绘制已知化合物的标准曲线。

7.2 标准色谱图

目标物参考色谱图见图 1。



说明:

- 0 — 溶剂;
- 1 — 正丁醇;
- 2 — 苯;
- 3 — 甲苯;
- 4 — 乙苯;
- 5,6 — 间对二甲苯;
- 7 — 丙烯酸丁酯;
- 8 — 苯乙烯;
- 9 — 邻二甲苯;
- 10 — 异丙苯;
- 11 — 苯甲醛;
- 12 — 正丙苯;
- 13 — 正十一烷。

图1 目标物参考色谱图

7.3 测定

7.3.1 标记

用正己烷和正十六烷标记挥发性有机物的保留时间范围。

7.3.2 定性分析

按照 6.1 和 6.2 的条件测定样品,并根据保留时间确定是否存在被测物。

7.3.3 定量分析

将填充好的样品管(5.3)装在热脱附仪上,按照仪器参考条件(第 6 章)进行测定。

8 结果计算

8.1 苯、苯乙烯的计算

苯、苯乙烯的计算如式(1)：

$$c_i = m_i / m \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

c_i ——样品中苯、苯乙烯的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

m_i ——样品中苯、苯乙烯的质量，单位为纳克(ng)；

m ——样品的质量，单位为毫克(mg)。

8.2 总挥发性有机化合物(TVOC)计算

8.2.1 总挥发性有机化合物包括气相色谱中保留时间在正己烷和正十六烷之间的所有挥发性有机化合物，挥发性未知物的含量按甲苯标准曲线以甲苯计，已知挥发性有机化合物含量用外标法计算。

8.2.2 样品中正己烷和正十六烷之间所有未知挥发性有机化合物质量的计算，如式(2)：

$$m_w = \frac{A_w - b}{k} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：

m_w ——样品中正己烷到正十六烷之间的所有未知挥发性有机化合物质量以甲苯计，单位为纳克(ng)；

A_w ——样品中正己烷到正十六烷之间所有未知挥发性有机化合物的峰面积之和；

b ——甲苯标准曲线的截距；

k ——甲苯标准曲线的斜率。

8.2.3 样品中总挥发性有机化合物含量 c_t (mg/kg) 的计算，如式(3)：

$$c_t = \sum_{i=1}^n m_i / m + m_w / m \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：

c_t ——样品中总挥发性有机化合物的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

m_i ——样品中已知挥发性化合物的质量，单位为纳克(ng)；

n ——样品中已知挥发性化合物的种类。

8.3 结果表示

取两次平行试验的算术平均值作为结果，TVOC 修约至整数，苯、苯乙烯修约至一位小数进行报告。要求两次重复测定值的相对偏差小于或等于 10%。

9 试验报告

试验报告至少应包括以下内容：

- 依据本标准；
- 试验产品信息(生产商、名称、批号等)；
- 试验用热脱附仪和气相色谱条件；
- 试验结果(按第 8 章规定的计算得到的 TVOC、苯和苯乙烯含量,mg/kg)；
- 与规定的试验方法有任何差异的说明；
- 试验人员及试验日期。