

VOLKSWAGEN AG    		汽车内饰非金属材料 有机化合物排放测定			PV 3341	
标准中心					55 03 1	
本测试规范用于样件和批量生产监控测试					共 4 页 第 1 页	
					参考资料	
内容						
1 概述						
2 试样准备						
3 测试仪、测试条件						
4 测试过程						
5 校准						
6 计算结果						
1 概述						
1.1 目的						
本测试规范用于测定从直接或间接位于汽车乘客空间影响范围内的非金属材料上排放出的有机化合物。						
作为一种材料排放潜能的尺度，以气体色谱法测得的物质和火焰电离检测器测得的物质总和来表示。						
试样利用蒸气室分析(上端-空隙-技术)在 120℃ 下调温后进行加样。						
1.2 要求						
有关的取样点，各自的要求及特殊结构测定按相应的图纸和/或 TL要求。						
2 试样准备						
试样的储存和运输要放在带铝层的聚乙烯袋中。						
取样应直接在入厂后或与此相应的状态下，产品入厂和取样的时间点须记录。						
一般情况下试样不作预处理，天然材料(棉、木、皮革、毛)例外，这些材料在称重前，以切小状态通过氯化钙(CaCl ₂)干燥 24 h。						
试样在规定位置在结构件的整个截面上制取，试样切成具有重量 10mg~25mg 小块，此过程不能使试样受热，如果必要也可按图纸和/或 TL 规定进行其它的试样准备，这些要在结果说明中叙述。						
试样称重按照顶端-空隙-瓶的尺寸，每 10ml 瓶容积 1.000 g±0.001 g。(即称量误差最大 0.1%)称出试样量。						
3.更改:						
2.更改:						
1.更改:		95,03 新修订				
首次采用	日期	专业负责			批准	专业负责 采用
87.12						
翻译	日期	译校	日期	技校	日期	抄写 日期
朱加和	96.3.1	鲁战	96.4.15			李素芬 96.04.16

瓶的最小容量为 5 ml，金属件在称重前除去。
粘附在金属件上的有机物例如油漆，粘接剂等，先机械分离然后称重。
小试样在顶端 - 空隙 - 瓶中称重 (每种试样至少 3 瓶)，然后加一个带聚四氯乙烯层的隔层：
聚四氯乙烯层面向内，最后气密性封闭。

3 测试仪器，测试条件

3.1 测试仪器

气体色谱毛细管驱动顶端 - 空隙试样传感器，火焰 - 离子检测器 (F 10) 和计算机 / 积分器。

WCOT-毛细管带分离相 100 % 乙二醇

(即: Wax-Typ, 例如: DB - Wax, Carbowax,) 0.25 mm 内径 0.25 μ m 膜厚 30 m 长。

分析天平，精度 0.1 mg.

微体积测头，5 μ l, 在玻璃体中取样

3.2 测试条件

GC - 炉温程序
3 min 在 50 $^{\circ}$ C 下恒温
以 12 K/min 速度加热至 200 $^{\circ}$ C
4 min 在 200 $^{\circ}$ C 下恒温。

注射器温度	200 $^{\circ}$ C
检测器温度	250 $^{\circ}$ C
分离特性	约 1: 20
气体载体	氮
平均气体载体速度	(22 ~ 27)cm/s

注: 物质 2,6 - 二 - 第 3 - 丁基 - 4 - 甲基苯酚 (BHT)
必须具有小于 16 min 的延迟时间。

4 试验过程

玻璃小瓶为了蓄集在试样上部空气中的物质，在临测试前在上端 - 空隙试样传感器中在 120 $^{\circ}$ C $\pm$ 1 $^{\circ}$ C 下调温 5 h $\pm$ 5 min，然后紧接着用它作分析试验，各需要至少 3 个试样作分析。
空白值通过测试至少 3 个空试样瓶的信号值的平均值得到，对所有试样定量称量，空白值和校正溶液分析必须一致并具有重复性分离柱为了加热必须每周一次加热到最高温度 15min。

5 校准

为了定量测定总碳排放, 及特定单种物质的量, 校正曲线按公开的标准方法作出。

对于总碳排放用丙酮作标准物质, 对单种物质用各自的物质。

在新柱安装及对仪器的任何改变后, 须用 7 个校准浓度作基础标准, 另外至少每 4 周用至少三个浓度作检查校准。

对丙酮的基础校准, 7 个校准溶液为每升正丁醇 0.1g, 0.5g, 1g, 5g, 10g, 50g 和 100g 丙酮, 对于检查校准, 至少 3 个浓度。

为每升 0.5g, 5g 和 50g 丙酮, 事先应保证, 在使用的正丁醇中不出现与丙酮同时的峰值。

对于单种物质, 校准液与丙酮-检查校准液浓度相同配制, 只是溶剂选用, 在单种物质滞留时间内无峰值出现, 且沸点低于 120℃ 的溶剂。

所有的在校准中使用的物质必须至少具有每年的质量。

在校准测量过程中, 用一个 5 μl 注射器以每 10ml 玻璃瓶体积 $2 \mu l \pm 0.02 \mu l$ (即注射误差最大 1%) 注入一个空的未封闭的上端-空隙-瓶中。

在抽出注射器时应注意, 不再有空气泡在柱塞中, 然后直接按下段 2 描述, 封闭。

校准试样在上端-空隙-试样传感器中在 120℃ 下调温 1 h 然后按一般试验规范进行分析, 这里气体色谱分析的温度程序。

在溶剂淘析后可以中断, 每个校准溶液至少测量 3 次。

从各校准物质测得的面积对校准液浓度(g/l)绘制的曲线可得到平衡度, 其斜率描述了校准系数 k [$k(G)$ 为总碳排放或 $k(i)$ 为单种物质排放] 这些在计算上按最小的误差平方进行, 校正系数 k 必须大于 0.995。

6 从气体色谱的记录数据, 必须能够得到总峰面积及图纸和/或 TL 规定的单个物质的峰面积为了计算总峰面积, 只能从下列的峰计算。

- 峰的高度须大于三倍的基准线干扰峰值。
- 峰的面积大于校正液浓度 0.5 g/l 的丙酮峰的面积的 10 %

分析方法的指示极限必须提供峰面积和峰高度, 它应小于用浓度 0.5 g/l 丙酮校正液分析的丙酮相应值的 10 %。

理想的排放值由测试结果按下列得出。

● 总碳排放 E_G

由试样分析得到的总峰面积和丙酮校正的校正系数 $k(G)$ 得到。

$$E_G = \frac{\text{总峰面积} - \text{空面试验峰面积}}{k(G)} \times 2 \times 0.6204$$

单位: $\mu\text{gC/g}$ (每 g 试样含 μg 碳)



系数 2, 产生于“以每 g 试样为基准”而 1 g 试样为 2 μ l 校准液在 10 ml 瓶中。
系数 0.624 指碳在丙酮中的质量含量。

- 单种物质排放 E_i

由测试单种物质 i 的试样分析得到的峰面积和单种物质校正的校正系数 $k(i)$ 得到

$$E_i = \frac{\text{单种物质 } i \text{ 的峰面积}}{k(i)} \times 2$$

单位: $\mu\text{g/g}$ (每 g 试样含 μg 物质 i)

系数 2 产生于以每 g 试样为基准但 1 g 试样, 为 2 μ l 校正液在 10 ml 瓶中。

从一个件得到的 3 个测试结果, 不作平均值, 而是所有 3 个测试值都必须满足要求, 这是为了保证结构件的所有点都满足要求。