

中华人民共和国建材行业标准

JC/T XXXXX—XXXX

运动地坪 可萃取有机卤素测试方法

Sports floor— A method for extractable organic halogens
extractable organic
halogens

（征求意见稿）

2023.9

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原理 1

5 试剂和材料 1

6 仪器和设备 2

 6.1 总有机卤素分析仪 2

 6.2 超声波发生器 4

 6.3 电子天平 4

7 样品 4

 7.1 取样要求 4

 7.2 样品前处理 4

8 分析步骤 4

 8.1 试样的制备 4

 8.2 仪器参考条件 5

 8.3 微库仑计的校准 5

 8.4 试样测定 5

9 结果计算与表示 6

10 检出限 6

11 精密度 6

12 试验报告 6

参考文献 7

前 言

本文件按照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》的规定起草。请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国建筑材料联合会提出。

本文件由建材工业综合标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

运动地坪 可萃取有机卤素测试方法

1 范围

本文件规定了运动地坪中可萃取有机卤素的试验方法。

本文件适用于塑胶跑道、塑胶球场、人造草坪、健身步道等运动地坪中可萃取有机卤素的测定。

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

T/CBMF xxx运动地坪 室内面层有害物质限量

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

运动地坪 sports floor

由高分子合成材料为主体辅以适当的填充材料组成，铺装在基层之上适用于体育运动的整体面层，分为塑胶面层和人造草面层。

[来源：T/CBMF XX运动地坪 室内面层有害物质限量—2022，3.1]

3.2

可萃取有机卤素 extractable organic halogens

EOX

用有机溶剂在一定的条件下，从运动地坪中萃取出的有机结合卤素（氯、溴、碘）的总量，以氯计。

4 原理

样品经有机溶剂萃取，萃取液被引入到反应器，在氩气和氧气下燃烧，生成卤化氢、二氧化碳和水。燃烧产生的卤化氢气体经浓硫酸干燥进入电解液中，并被吸收，最后用微库仑法测定卤素的量，结果以氯的质量浓度表示。

5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂。

5.1 盐酸： $\rho=1.19$ g/mL

5.2 硫酸： $\rho=1.84\text{ g/mL}$

5.3 硝酸： $\rho=1.42\text{ g/mL}$

5.4 乙酸（纯度 $\geq 99\%$ ）

5.5 明胶（分析纯）

5.6 百里酚（分析纯）

5.7 百里酚蓝（分析纯）

5.8 甲醇（分析纯）

5.9 萃取溶液：正己烷（分析纯）

5.10 有机氯标样

5.11 电解溶液配制：移取 8 mL 溶液 b 到 100 mL 容量瓶中，用溶液 a 补充至刻度。

溶液 a：量取 200 mL 乙酸（ $c(\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2)=99\%$ ）到 1000 mL 容量瓶中，加 500 mL 水，再加入 4 mL 浓硝酸，定容。

溶液 b₁：称取 4 g 明胶，边搅拌边加入到 400 mL 水中，在 80℃水中膨胀 3 小时。然后在 35～45℃左右溶解，得到透明溶液。

溶液 b₂：溶解 1.0 g 百里香酚和 0.3 g 百里香酚蓝到 500 mL 甲醇中。

溶液 b：b₁ 溶液冷却到 35～45℃，然后在搅拌的情况下，缓慢地将 b₁ 溶液加入到 b₂ 溶液中，过滤到 1000 mL 容量瓶中，用水定容。

电解溶液保存期：溶液 a、b 用密闭的玻璃瓶在冰箱中可以保存 6 个月。配制好的电解溶液用密闭的玻璃瓶存放，常温下可以保存 30 天。

也可根据不同仪器厂家要求配制相应的电解液。

5.12 HCl 终点滴定溶液： $\rho(\text{HCl})=0.01\text{mol/L}$

量取 0.83 mL 浓盐酸（5.1）稀释至 1000 mL。

5.13 氧气：纯度 $\geq 99.99\%$

5.14 氩气：纯度 $\geq 99.99\%$

6 仪器和设备

6.1 总有机卤素分析仪

6.1.1 仪器组成

仪器的主要部件应包括燃烧器、检测器和干燥器，可使用成套商品化总有机卤素分析仪，水平炉模式装置示意图见图1，垂直炉模式装置示意图见图2。

6.1.2 燃烧器

6.1.2.1 燃烧炉：加热温度可调，最高温度不低于950℃，水平式炉和垂直式炉均可使用。

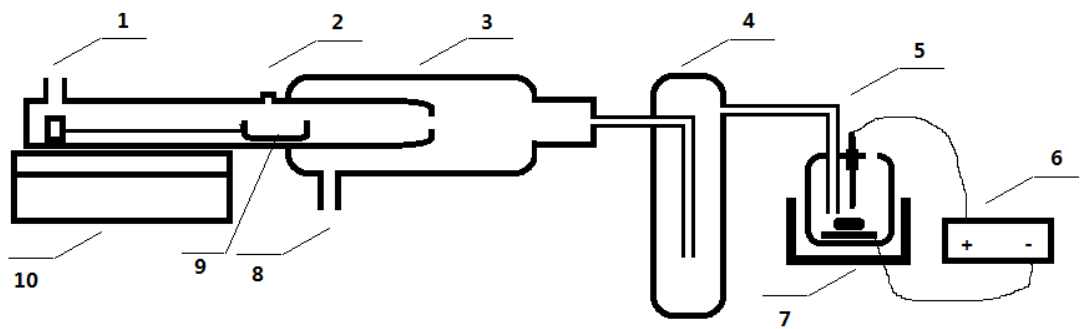
6.1.2.2 燃烧管：直径2 cm～4cm，长度约30 cm的石英管。

6.1.3 检测器

微库仑计。

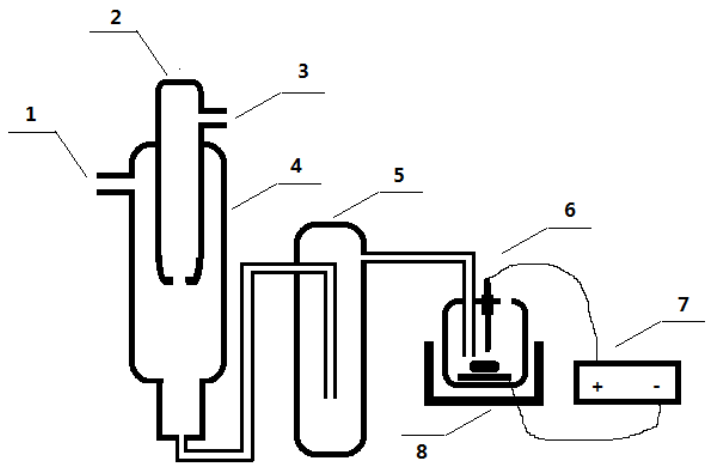
6.1.4 干燥器

用于干燥气体，干燥器中装有硫酸（5.2），当干燥器中液面明显上升，应更换干燥器中硫酸。



- 标引序号说明：
- 1——载气接口（Ar/O₂）；
 - 2——液体进样口；
 - 3——石英燃烧管；
 - 4——干燥器；
 - 5——库伦池；
 - 6——库伦仪；
 - 7——控温池架；
 - 8——氧气接口；
 - 9——石英舟；
 - 10——自动舟进样器。

图 1 EOX 测定水平炉模式装置示意图



- 标引序号说明：
- 1——氧气接口（Ar/O₂）；
 - 2——气密性进样隔垫；
 - 3——载气接口；
 - 4——石英燃烧管；
 - 5——干燥器；
 - 6——库伦池；
 - 7——库伦仪；

8——控温池架。

图 2 EOX 测定垂直炉模式装置示意图

6.2 超声波发生器

6.2.1 超声频率：45/80KHz；

6.2.2 超声功率：300W；

6.2.3 超声功率可调范围：40-100%；

6.2.4 温度设定范围：0-80℃。

6.3 电子天平

精度为 0.1mg。

7 样品

7.1 取样要求

同种运动地坪面层为一个批次。每个批次按照“300 mm×400 mm×实际厚度”的规格进行取样，取样数量≥1块。样品取后用聚乙烯或聚四氟乙烯袋密封，置于阴凉干燥处。

运动地坪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。

样品运输过程中应避免因扭曲、挤压、受潮、化学污染或高温等改变样品物理或化学完整性。样品送达实验室后应在温度为（25±5）℃的室内环境带包装保存。

7.2 样品前处理

试样制备过程中应戴防护手套，防止试样受污染。

取样品适量，采用冷冻研磨或不致产生热量的其他加工方式粉碎，选取粒径在0.85 mm~1.40 mm(20目~14目)之间的细小颗粒，作为检测用试样。

对于现场挖取的样品，制样前应去除底层附着物，以避免基础层对面层材料可能的污染。

对于湿态样品，应将样品置于不高于45℃的环境中充分干燥后进行测试。

8 分析步骤

8.1 试样的制备

8.1.1 方法A：超声提取法

称取0.5g试样，精确至0.1 mg，放入螺口刻度试管（带密封盖），加入10 mL萃取剂（5.9）并密封试管，置于温度为30℃，超声频率80 KHz，超声功率100%的超声波发生器中萃取4 h。萃取完成后，取出刻度管试样冷却至室温并混合均匀，试液经0.45 μm有机系微孔滤膜过滤后用于检测分析。

8.1.2 方法B：索氏提取法

称取 5g 样品，放置于索氏提取器中。在 150 mL 圆底烧瓶中加入 120 mL 萃取剂（5.10），并在 20h 内进行提取。冷却后，用旋转蒸发器中浓缩至约 10 mL 的体积，转移至 50 mL 容量瓶中并用萃取剂（5.9）补足至刻度。

8.2 仪器参考条件

调节燃烧炉温度不低于950℃，调节氧气流量约300 mL/min。如使用成套商品化仪器，相关参数参考仪器厂商提供的资料。

8.3 微库仑计的校准

8.3.1 浓度比较法

直接注入50 μL~100 μL盐酸溶液（5.12）或仪器厂商指定的标准样品至库伦池中，测量其浓度（c），按照公式（1）计算试验因子：

$$a_1 = \frac{c}{c_t} \dots\dots\dots (1)$$

其中：

- a_1 ——试验因子；
- c ——盐酸或其他校准样品的浓度测量值，单位为毫克每升（mg/L）；
- c_t ——盐酸或其他校准样品的浓度理论值，单位为毫克每升（mg/L）。

8.3.2 库伦值比较法

使用盐酸溶液（5.12）或仪器厂商指定的标准实际进行测定，获得盐酸样品的电荷量测量值（Q）；按照公式（2）计算电荷量理论值：

$$Q_1 = V \times c_{Cl} \times F \dots\dots\dots (2)$$

其中：

- Q_1 ——盐酸或其他标准样品电荷量理论值，单位库伦（C）；
- V ——盐酸或其他标准样品的体积，单位为升（L）；
- c_{Cl} ——盐酸或其他校准样品溶液氯的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
- F ——法拉第常数，96484.56 C/mol。

按照公式（3）计算试验因子：

$$a_2 = \frac{Q}{Q_t} \dots\dots\dots (3)$$

其中：

- a_2 ——试验因子；
 - Q ——盐酸或其他校准样品电荷量测量值，单位库伦（C）；
 - Q_t ——盐酸或其他校准样品电荷量理论值，单位库伦（C）。
- 仪器设备处于正常工作状态时，试验因子应在0.97~1.03之间。

8.4 试样测定

8.4.1 试样测定

将处理好的样品置于自动进样器上，选择与标准曲线测试的相同方法进行样品的测试。

8.4.2 空白实验

除不加试样外，均按照上述分析步骤进行。

9 结果计算与表示

9.1 结果计算

样品中EOX含量以毫克每千克（mg/kg）表示，按式（4）计算：

$$w = \frac{(N_1 - N_0) \times V_{E1} \times f}{V_{E2} \times m} \dots\dots\dots (4)$$

其中：

- w——样品 EOX 的含量，以氯表示，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- N₁——样品提取物的燃烧产物的测量值，以微克氯（μg）计；
- N₀——空白提取物的燃烧产物的测量值，以微克氯（μg）计；
- V_{E1}——提取物的总体积，单位为毫升（mL）；
- V_{E2}——用于燃烧的提取物的部分体积，单位为毫升（mL）；
- m——样品的质量，单位为克（g）；
- f——样品的稀释倍数。

9.2 结果表述

所得结果应按GB/T 8170 修约，结果保留至整数位。

10 检出限

本方法测定EOX的参考检出限为20 mg/kg。

11 精密度

同一实验室相同条件下，在短时间内对同一被测对象，两次独立测定结果的绝对差值不应大于其算术平均值的15%。

12 试验报告

试验报告应包括以下项目：

- a) 本标准编号；
- b) 完整鉴定试样所必需的全部资料；
- c) 试验日期和地点；
- d) 结果的表示；
- e) 本标准或规范性引用文件中未规定的但可能影响结果的任何操作。

参 考 文 献

- [1] DIN 18035-6-2021 运动场地 第6部分 合成材料面层
 - [2] DIN 18035-7-2019 运动场地 第7部分 合成草坪地面
 - [3] DIN 38414-2017 德国检验水、废水和污泥的标准方法-污泥和沉积物（S组）-第17部分：可提取的有机结合卤素的测定（EOX）（S 17）
-