ICS 97.030

分类号：Y61

中国轻工业联合会团体标准

T/CNLIC XXXX—XXXX

|  |
| --- |
|  |

绿色设计产品评价技术规范

家用和类似用途冷热饮水机

**Technical specification for green-designproduct assessment- household and similar cold and hot water dispenser**

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

中 国 轻 工 业 联 合 会

中国家用电器标准与技术产业联盟

发布

**T/CNLIC**

目  次

[前言 2](#_Toc530380744)

[1 范围 3](#_Toc530380745)

[2 规范性引用文件 3](#_Toc530380746)

[3 术语和定义 3](#_Toc530380747)

[4 评价要求 5](#_Toc530380748)

[5 评价方法 8](#_Toc530380749)

[附录A （资料性附录） 有害物质含量豁免清单 9](#_Toc530380750)

[附录B （规范性附录） 纳滤净饮机净水产水率试验方法 1](#_Toc530380751)2

[附录C （规范性附录） 邻苯二甲酸二乙基己酯、邻苯二甲酸丁苄酯、邻苯二甲酸二丁酯、邻苯二甲酸二异丁酯的试验方法 1](#_Toc530380751)4

前  言

本标准按照GB/T 1.1－2009给出的规则起草。

本标准由中国轻工业联合会和中国家用电器标准与技术产业联盟提出并归口。

本标准主要起草单位： 中国家用电器研究院、佛山市顺德区美的饮水机制造有限公司、深圳安吉尔饮水产业集团有限公司、浙江沁园水处理科技有限公司、浙江绍兴苏泊尔生活电器有限公司。

本标准主要起草人： 王统帅、高亮、张恒、李超、官阔荣、李鹏、周雯虹。

本标准为首次发布。

绿色设计产品评价技术规范 家用和类似用途冷热饮水机

1. 范围

本标准规定了家用和类似用途冷热饮水机绿色设计产品评价的术语和定义、评价要求和评价方法。

本标准适用于家用和类似用途冷热饮水机的绿色设计产品评价。

1. 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 191 包装储运图示标志

GB/T 1019 家用和类似用途电器包装通则

GB 4706.1 家用和类似用途电器的安全 第1部分：通用要求

GB 4806.9 食品安全国家标准 食品接触用金属材料及制品

GB/T 5296.2消费品使用说明 第2部分：家用和类似用途电器

GB 5749 生活饮用水卫生标准

GB/T 16716.1 包装与包装废弃物 第1部分:处理和利用通则

GB/T 19001 质量管理体系要求

GB/T 22090 冷热饮水机

GB/T 23384 产品及零部件可回收利用标识

GB/T 24001 环境管理体系 要求及使用指南

GB/T 24256 产品生态设计通则

GB/T 24040 环境管理 生命周期评价 原则与框架

GB/T 24044 环境管理 生命周期评价 要求与指南

GB/T 26572 电子电气产品中限用物质的限量要求

GB/T 30307 家用和类似用途饮用水处理装置

GB 30978 饮水机能效限定值及能效等级

GB/T 31268 限制商品过度包装

GB/T 32161 生态设计产品标识

GB/T 33761-2017 绿色产品评价标准通则

GB 34914 反渗透净水机水效限定值及水效等级

QB/T 4991 家用和类似用途净饮机

《生活饮用水输配水设备及防护材料卫生安全评价规范》（2001）

1. 术语和定义

GB/T 33761-2017和 GB/T 22090所及界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

冷热饮水机绿色设计产品 **green-design cold and hot water dispenser product**

设计为在全生命周期过程中，符合环境保护要求，对生态环境和人体健康无害或危害极小、资源能源消耗少、品质高的冷热饮水机产品，以下简称绿色冷热饮水机。

饮水机 **water dispenser**

一种可直接饮用的水通过消耗电能的方法进行加热、制冷并进行分发的器具。

3.2.1

净饮机 **water purification dispenser**

以市政自来水或其他集中式供水为原水，利用内置水处理系统将原水处理成可直接饮用的水，并通过消耗电能的方法进行加热、制冷并进行分发的器具。

3.2.2

冷热饮水机 **cold and hot water dispenser**

既提供冷饮用水又提供热饮用水和（或）常温水的饮水机。

3.2.3

单热饮水机 **hot and normal water dispenser**

只提供热饮用水，也可同时直接提供常温水的饮水机。

3.2.4

单冷饮水机 **cold and normal water dispenser**

只提供冷饮用水，也可同时直接提供常温水的饮水机。

3.2.5

压缩机制冷式饮水机 **compression-type water dispenser**

利用蒸汽压缩制冷，通过热交换制备冷水的饮水机。

3.2.6

电子（半导体）制冷式饮水机 **semi-conductor refrigeration-type water dispenser**

利用半导体珀耳帖效应制冷，通过热交换制备冷水的饮水机。

3.3

绿色设计 **green-design**

按照全生命周期的理念，在产品设计开发阶段系统考虑原材料选用、生产、销售、使用、回收、处理等各个环节对资源环境造成的影响，力求产品在全生命周期中最大限度降低资源消耗、尽可能少用或 不用含有有害物质的原材料，减少污染物产生和排放，从而实现环境保护的活动。

3.4

绿色设计产品 **green-design product**

符合绿色设计理念和评价要求的产品。

1. 评价要求
	1. 基本要求
		1. 生产主体
			1. 生产企业近三年无重大质量、安全和环境事故。
			2. 生产企业应按照GB/T 24001、GB/T 19001分别建立、实施并持续改进环境管理体系和质量管理体系。
			3. 生产企业应开展绿色供应链管理，并建立绿色供应链管理绩效评价机制、程序，确定评价指标和评价方法。生产企业应对产品主要原材料供应方、生产协作方、相关服务方等提出相关质量、环境、能源和安全等方面的管理要求。
			4. 生产企业应按照GB/T 24256的相关要求开展产品绿色设计工作，设计工作在考虑环境要求的同时，还应适当考虑产品全生命周期内的耐用性、可靠性、可维修性、可重复使用性、可再制造、模块化、智能化以及对环境产生不良影响部件的易拆解（分离）性和易回收性等。
			5. 生产企业应采用国家鼓励的先进技术和工艺，不得使用国家、地方政府有关部门限制、淘汰或禁止的技术、工艺、装备及相关材料。

例如以下情况（但不限于）：

——产品生产过程中，不得使用氢氟氯化碳、1,1,1-三氯乙烷、三氯乙烯、二氯乙烯、二氯甲烷、三氯甲烷、四氯化碳、溴丙烷等物质作为清洁溶剂。

——电子电路板以及类似产品生产过程中的焊接应使用无铅焊接工艺。

——生产过程中需要充注制冷剂或使用发泡剂的产品，不应采用ODP＞0的制冷剂、发泡剂。

——生产过程中需要充注制冷剂的产品，应在生产现场配备并有效使用制冷剂回收装置。

* + - 1. 生产企业的污染物排放应达到国家和地方污染物排放标准的要求，污染物总量控制应达到国家和地方污染物排放总量控制指标；应严格执行节能环保相关国家标准并提供标准清单。
		1. 产品
			1. 产品应符合相应的安全标准、电磁兼容标准和产品性能标准要求。
			2. 产品使用说明的内容应符合GB/T 5296.2的要求，并包含限用物质使用、需特殊处理材料及产品废弃后的有关循环利用的相关说明。生产企业宜通过适当的方式发布产品拆解技术指导信息，信息应便于相关组织获取。
			3. 产品包装应符合GB/T 191、GB/T 1019和GB/T 31268的有关要求。
			4. 产品中的限用物质含量，应符合GB/T 26572中限用物质限量的要求。有害物质含量的豁免项目见附录A。包装材料中的重金属含量，应符合GB/T 16716.1的要求。
	1. 指标要求

绿色冷热饮水机的评价指标应符合表1的规定。

表1 绿色评价指标

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 一级指标 | 二级指标 | 单位 | 基准值 | 评价依据/方法 |
|  | 资源属性 | 材料节约性 | 包装及包装材料 | —— | 包装材质为纸盒（袋）者，推荐优先使用回收纸混合模式，满足GB/T 31268相关要求 | GB/T 31268 |
|  | 材料可循环性 | 可回收利用标识 | —— | 符合标准要求 | GB/T 23384 |
|  | 能源属性 | 能源利用性 | 净水产水率 | 反渗透净饮机 | % | ≥55 | GB 34914 |
| 纳滤净饮机 | % | ≥60 | 附录B |
|  | 能源节约性 | 能效等级 | —— | 1级 | GB 30978 |
|  | 环境属性 | 有害物质含量 | 铅 | %（质量分数） | ≤0.1 | GB/T 26572 |
| 汞 | ≤0.1 |
| 镉 | ≤0.01 |
| 六价铬 | ≤0.1 |
| 多溴化联苯 | ≤0.1 |
| 多溴联苯醚 | ≤0.1 |
| 邻苯二甲酸二乙基己酯 | ≤0.1 | 附录C |
| 邻苯二甲酸丁苄酯 | ≤0.1 |
| 邻苯二甲酸二丁酯 | ≤0.1 |
| 邻苯二甲酸二异丁酯 | ≤0.1 |
|  | 噪声 | 温热式饮水机 | dB(A) | ≤45 | GB/T 22090、QB/T 4991 |
| 净饮机 | dB(A) | ≤65 |
| 外置加热式饮水机 | dB(A) | ≤60 |
| 其他类型饮水机 | dB(A) | ≤50 |
|  | 品质属性 | 健康性 | 材料安全 | 与水直接接触的不锈钢材料的部件 | — | 符合标准要求 | GB 4806.9 |
| 10 | 与水直接接触的硅橡胶、丁腈橡胶材料的部件 | — | 符合标准要求 | GB 4806.11 |
|  | 卫生安全 | 与水直接接触的部件及防护材料 | — | 符合规范要求 | 《生活饮用水输配水设备及防护材料卫生安全评价规范》（2001） |
| 净饮机的整机卫生安全 | 符合规范要求 | 《生活饮用水水质处理器卫生安全与功能评价规范¬—反渗透处理装置》（2001）、《生活饮用水水质处理器卫生安全与功能评价规范¬—一般水质处理器》（2001） |
| 饮水机的整机卫生安全 | 符合规范要求 | 《生活饮用水输配水设备及防护材料卫生安全评价规范》（2001）、GB 5749 |
|  | 制热水性能 | — | 符合标准要求 | GB/T22090，QB/T4098 |
|  | 制冷水性能 | — | 符合标准要求 | GB/T22090 |
|  | 电器安全性 | — | 符合标准要求 | GB 4706.1、GB 4706.13、GB 4706.19 |
|  | 其他功能 | 净水器功能（净饮机） | — | 符合标准要求 | GB/T 30307 |
|  | 冷藏柜功能 | — | 符合标准要求 | GB/T22090附录A |
|  | 保洁柜功能 | — | 符合标准要求 | GB/T22090附录B |

* 1. 生命周期评价要求
		1. 一般要求

产品应依据GB/T 24040、GB/T 24044和GB/T 32161给出的生命周期评价方法学框架及总体要求冷热饮水机产品进行生命周期评价，并编制生命周期评价报告。

* + 1. 报告内容框架
			1. 基本信息

报告应提供报告信息、申请者信息、评估对象信息、采用的标准信息等基本信息，其中报告信息包括报告编号、编制人员、审核人员、发布日期等，申请者信息包括公司全称、组织机构代码、地址、联系人、联系方式等。

在报告中应提供产品的主要技术参数和功能，包括：物理形态、生产厂家、使用范围等。产品重量、包装的大小和材质也应在生命周期评价报告中阐明。

* + - 1. 符合性评价

报告中应提供对基本要求和评价指标要求的符合性情况，并提供所有评价指标报告期比基期改进情况的说明，或同等功能产品对比情况的说明。

* + - 1. 生命周期评价
				1. 评价对象及工具

报告中应详细描述评估的对象、功能单位和产品主要功能，提供产品的材料构成及主要技术参数表，绘制并说明产品的系统边界，披露所使用的基于中国生命周期数据库的软件工具。

本标准以“1台冷热饮水机”为功能单位来表示。

* + - * 1. 清单分析

报告中应提供考虑的生命周期阶段，说明每个阶段所考虑的清单因子及收集到的现场数据或背景数据，涉及到数据分配的情况应说明分配方法和结果。

* + - * 1. 生命周期影响评价

报告中应提供产品生命周期各阶段的不同影响类型的特征化值，并对不同影响类型（参见附录A）在各生命周期阶段的分布情况进行比较分析。

* + - * 1. 绿色设计改进方案

在分析指标的符合性评价结果以及生命周期评价结果的基础上，提出产品绿色设计改进的具体方案。

* + - 1. 评价报告主要结论

应说明该产品对评价指标的符合性结论、生命周期评价结果、提出的改进方案，并根据评价结论初步判断该产品是否为绿色设计产品。

* + - 1. 附件

报告中应在附件中提供：

——产品原始包装图；

——产品生产材料清单；

——产品工艺表（产品生产工艺过程示意图等）；

——各单元过程的数据收集表；

——其他。

1. 评价方法
	1. 基本要求

每项基本要求按照相应的国家法律法规或标准进行评价。

对于生产主体的评价，生产主体应提供与实际情况相符的相应证明材料。

对于产品的评价，应由第三方检测机构提供产品检测报告。

* 1. 指标要求

指标要求按照表1的规定进行。

* 1. 符合性评价

符合本标准中第4章规定的所有要求的冷热饮水机产品为绿色设计产品。

1. （资料性附录）
有害物质含量豁免清单

对绿色家电产品进行有害物质含量评价时，豁免项目的清单见表A.1。

表A.1有害物质含量豁免项目清单

| 序号 | 豁免项目 | 产品类别 | 含量限值 |
| --- | --- | --- | --- |
| 1 | 单端紧凑荧光灯每灯汞含量 | 一般用途照明 | P<30W | 2.5mg |
| 50W＞P≥30W | 3.5mg |
| 150＞P≥50W | 5mg |
| P≥150W | 15mg |
| 具有圆形或方形结构，灯管直径≤17mm | 7mg |
| 特殊用途 | 5mg |
| 普通照明，P<30W，寿命≥20000h | 3.5mg |
| 2 | 一般用途双端直式荧光灯每灯汞含量 | 正常使用寿命的三基色荧光灯  | 灯管直径<9mm （例如 T2） | 4mg |
| 9mm≤灯管直径≤17mm（例如T5） | 3mg |
| 17mm<灯管直径≤28mm（例如T8） | 3.5mg |
| 28mm<灯管直径（例如T12） | 3.5mg |
| 长寿命的三基色荧光灯（寿命≥25000h） | 5mg |
| 其它荧光灯中的每灯汞含量 | 非直线型三基色荧光灯，灯管直径>17mm(例如T9) | 15mg |
| 其它一般用途照明和特殊用途的灯（例如感应灯） | 15mg |
| 3 | 特殊用途的冷阴极荧光灯和外置电极荧光灯（CCFL和EEFL）每灯汞含量 | L≤500mm | 3.5mg |
| 1500mm≥L＞500mm | 5mg |
| L≥1500mm | 13mg |
| 4 | 其它低压放电灯中的每灯汞含量 | —— | 15mg |
| 一般用途经过改良的彩色再现指数Ra>60的高压钠灯（蒸气）中每灯汞含量 | P≤155W | 30mg |
| 155W＜P≤405W | 40mg |
| P＞405W | 40mg |
| 其它一般用途高压钠灯（蒸气）中每灯汞含量 | P≤155W | 25mg |
| 155W＜P≤405W | 30mg |
| P＞405W | 40mg |
| 金属卤化物灯（MH）中的汞 | —— | —— |
| 其它本附件没有特别说明的特殊用途的放电灯中的汞 | —— | —— |
| 豁免用于标志、装饰或建筑，以及专业照明和轻工艺术品的手工制作发光放电管(HLDTs)中的汞 | 暴露在20℃以下使用的户外以及室内的应用设备 | 20mg/电极对+0.3mg/cm灯管长度，但不得超过80mg |
| 所有其他的室内设备 | 15mg/电极对+0.24mg/cm灯管长度，但不得超过80mg |
| 5 | 荧光管玻璃中铅 | —— | 0.2%（Wt） |
| 6 | 用于加工的钢和镀锌钢中作为合金元素的铅含量 | —— | 0.35%（Wt） |
| 在铝合金中作为合金元素的铅含量 | —— | 0.4% |
| 在铜合金中铅含量 | —— | 4%； |
| 7 | 高熔融温度型焊料中的铅（例如：铅基合金中铅含量≥85%） | —— | —— |
| 电子电气器件的玻璃或陶瓷（电容中介电陶瓷除外）中的铅，或玻璃或陶瓷复合材料中的铅（例如：压电陶瓷器件） | —— | —— |
| 额定交流电压125V 以上或直流电压250V以上的电容中介电陶瓷中的铅 | —— | —— |
| 8 | 用于电子触点中的镉及其化合物 | —— | —— |
| 9 | 在吸收式电冰箱中作为碳钢冷却系统防腐剂的六价铬的含量 | —— | 冷却液重量的0.75% |
| 用于加热、通风、空调和制冷（HVACR）的冰箱零部件的轴承外壳及其轴衬中的铅 | —— | —— |
| 10 | 白色光学玻璃中所用的铅  | —— | —— |
| 滤光玻璃及用来作反射率标准片的玻璃中所用的铅及镉  | —— | —— |
| 11 | 集成电路倒装芯中片封装中半导体芯片及载体之间形成可靠联接所用焊料中的铅  | —— | —— |
| 12 | 用于仿日晒灯的放电灯，其中含有磷光物质（如BSP （BaSi 2 O 5 ：Pb）），铅作为荧光触媒剂的含量 | —— | 灯重量的1 % |
| 13 | 用于硼硅酸盐和钠钙硅酸盐玻璃瓷釉的印刷油墨中所含的铅和镉。  | —— | —— |
| 14 | 通孔盘状及平面阵列陶瓷多层电容器焊料所含的铅。  | —— | —— |
| 15 | 欧盟指令69/493/EEC附件Ⅰ(第1、2、3、4类)限定的水晶玻璃中的铅含量  | —— | —— |
| 16 | 用于氩和氪激光管防护窗组合件的封装玻璃料里的铅的氧化物。  | —— | —— |
| 17 | 金属陶瓷微调电位器中的铅  | —— | —— |
| 18 | 以硼酸锌玻璃体为基础的高压二极管的电镀层的铅  | —— | —— |
| 19 | 用于固态照明或显示系统中的彩色转换II-VI的半导体照明（LEDs） 内所含的镉含量 | —— | 10微克/平方毫米的发光面积 |
| 20 | 豁免电气和电子元件的焊料和最终表面材料，以及点火模块和其他电气和电子发动机控制系统（由于技术原因，必须直接安装在曲轴箱或手持内燃机汽缸内的）中使用的印刷电路板表面材料中铅 | —— | —— |

1. （规范性附录）
纳滤净饮机净水产水率试验方法
	1. 试验用水

B.1.1 在测定净水产水率时，其试验用水应使用纯水（电导率＜10μS/cm，溶解性总固体＜5 mg/L）进行配制。

B.1.2 试验用水的水质指标要求

a）总硬度应控制在（250±20）mg/L；

b）碱度应控制（160±20）mg/L；

c）pH 值应控制在 7～7.5。

B.1.3 试验用水的配制

用纯水（电导率＜10μS/cm，TDS＜5mg/L）按照以下步骤进行加标配制（以配制100L试验用水为例）：

a) 分别称取61.56gMgSO4·7H2O和26.88g无水NaHCO3，将其分别溶解在少量纯水中；

b) 将上述各溶液分别单独加入100L纯水中，每加入一种溶液后应立即搅拌均匀，最后再继续搅拌一会使充分混匀；

c) 量取5.2%的NaClO原液5 mL～10 mL，用纯水稀释至1L，再量取100 mL此稀释溶液加入上述100L水中，立即搅拌均匀；

d) 用NaOH或HCl调节pH值，使其在7.0～7.5范围内；

e) 配制的试验用水应储存于避光的密闭容器中，应现配现用，不得使用隔夜配制的试验用水。

注：所用化学试剂均为分析纯或相当纯度。

* 1. 试验条件

在测定净水产水率时，试验条件应满足如下要求：

a) 环境温度应控制在（25±5）℃；

b) 相对湿度为 45%～75%；

c) 电源电压为额定电压，电源频率（50±1）Hz；

d) 水温应控制在（25±1）℃；

e) 进水压力应控制在（0.24±0.02）MPa。

* 1. 测试和计算
		1. 根据制造商标称的额定总净水量将全程分为4段。于正式通入水样之初（第1次采样）、1/4段末（第2次采样）、2/4段末（第3次采样）、3/4段末（第4次采样）、4/4段末（第5次采样）时采集共5批水样测试，采用以下控制指标检验去除效果，具体测试方法按 GB/T 5750进行：

总硬度（以 CaCO3 计）的去除率≥90%。

* + 1. 纳滤净饮机依据产品说明要求进行安装调试，保持进水压力不变的情况下，通入试验用水，并按照产品设定的工作模式连续工作，直至净水出水量达到额定总净水量标称值时，记录总进水量和总浓缩水量按式B.1或式B.2计算净水产水率；若在达到额定总净水量标称值之前不能满足流量和去除率要求，则判定总净水量不能达到标称值，终止实验。

……………………………………（B.1）

……………………………（B.2）

式中：

Y—净水产水率，%；

*Qp* —额定总净水量，单位升（L）；

*Qr* —总浓缩水量，单位升（L）；

*Qf* —总进水量，单位升（L）。

注1：若纳滤净饮机具有冲洗功能，则冲洗水量应计算在总进水量内。

注2：若纳滤净饮机配有压力罐，则应将压力罐拆除。

1. （规范性附录）
邻苯二甲酸二乙基己酯、邻苯二甲酸丁苄酯、邻苯二甲酸二丁酯、邻苯二甲酸二异丁酯的试验方法
	1. 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为色谱纯或更高级别，且在使用前，都要进行空白值测试。

C.1.1试剂

C.1.1.1乙腈

C.1.1.2四氢呋喃

C.1.1.3正己烷

C.1.1.4氦气：纯度大于99,999 %（体积分数）

C.1.2 标记物

邻苯二甲酸二丁酯-3,4,5,6-d4或邻苯二甲酸二（2-乙基己基）3,4,5,6-d4：浓度为1000μg/ mL。

C.1.3 邻苯二甲酸酯标准品

邻苯二甲酸二乙基己酯（DEHP）、邻苯二甲酸丁苄酯（BBP）、邻苯二甲酸二丁酯（DBP）、邻苯二甲酸二异丁酯（DIBP）：纯度＞95%。

C.1.3.1邻苯二甲酸酯标准储备液（1000μg/mL）：分别准确称取邻苯二甲酸酯标准品25mg，用正己烷溶解并准确定容至25mL，于4℃冰箱中避光保存。

C.1.3.2邻苯二甲酸酯标准中间液（100μg/mL）：准确移取1mL邻苯二甲酸酯标准储备液和1mL标记物至10mL容量瓶中，加入正己烷定容至10mL，于4℃冰箱中避光保存。

C.1.4内标

蒽-d10或苯甲酸苄酯：浓度为1000μg/ mL，溶剂为正己烷。

* 1. C.1.4.1内标溶液（100μg/mL）：准确移取1000μg/mL的蒽-d10或苯甲酸苄酯1.0mL至10mL容量瓶中，加入正己烷定容至10mL，于4℃冰箱中避光保存。仪器和设备

C.2.1气相色谱-质谱联用仪（GC-MS）。

C.2.2分析天平：感量0.000 1 g。

C.2.3带液氮冷却的低温研磨机 。

C.2.4真空旋转蒸发器。

C.2.5超声波清洗器。

C.2.6小型混合器（漩涡式混合器或混合振荡器）。

C.2.7索氏萃取器。

C.2.8萃取套管和玻璃棉。

C.2.9加热套。

C.2.10漏斗。

C.2.11微量注射器和0.45 μm聚四氟乙烯过滤器

C.2.12玻璃器皿

* 1. 取样

参考GB/T 26125进行取样，推荐使用液氮冷却低温研磨。样品萃取前使用500 μm筛过筛。

* 1. 分析步骤

C.4.1一般说明

C.4.1.1为了减少空白值，确保所有玻璃设备的清洁度。使用前将玻璃棉在450℃下去活化30分钟以上。

C.4.1.2如果样品中邻苯二甲酸酯的含量高于0.1％，则需要调整样品量进行分析，或在加入内标前预先稀释适当倍数后再重新分析。

C.4.2试样制备

C.4.2.1 索氏萃取器的预萃取

将索氏萃取器清洗干净，使用70 mL的正己烷进行2 h的预萃取，倒掉洗涤溶剂。

C.4.2.2 萃取

样品萃取步骤如下：

a) 称取（500±10）mg的典型样品，记录样品质量，精确到0.1 mg。

b) 使用漏斗将样品转移到萃取套管中。为确保定量转移，应用约10mL正己烷冲洗漏斗。

c) 添加10μL的标记物。

d) 用玻璃棉覆盖套管，防止样品浮起。

e) 准备大约120mL正己烷用于回流萃取。萃取样品至少6小时，每小时6至8个循环。缩短萃取时间会降低分析物的回收率。

f)回流6h后，在真空条件（或近似条件）下使用旋转蒸发器将萃取物浓缩至约10mL，然后用正己烷稀释至50mL，得到待测试样。

C.4.2.3 可溶性聚合物的替代萃取程序

对于在四氢呋喃（THF）中可溶的聚合物样品(例如PVC)，可以使用如下替代萃取程序︰

a) 称取（300±10）mg样品并转移到40 mL样品瓶中。记录样品质量，精确到0.1 mg。

b) 将10mL 四氢呋喃和10μL标记物转移到样品瓶中，并记录混合物的质量。

c) 盖紧瓶盖，将样品瓶置于超声波清洗器中，超声处理30min~60min，直到样品完全溶解。可使用小块胶带来防止瓶盖振动松动。

d) 样品溶解后，将样品瓶冷却至室温并记录重量。验证重量是否与步骤b）中记录的重量一致。

e) 准确地将20mL 乙腈，逐滴滴加到样品瓶中，以沉淀样品基质。

f) 将得到的萃取液在室温下静置30分钟（聚合物材料将在样品瓶底部沉淀）。

g) 使用0.45μm聚四氟乙烯膜过滤混合物，得到待测试样。

C.4.3仪器参考条件

C.4.3.1气相色谱参考条件

a）色谱柱：5%苯基-甲基聚硅氧烷石英毛细管柱或性能类似的分析柱，规格为：柱长30.0m，内径0.25mm，膜厚0.25μm；

b）进样口温度：250℃；

c）升温程序：初始柱温80℃~110℃，保持0.5min，以20℃/min升温至280℃，保持1min，再以20℃/min升温至320℃，保持5min。

d）载气：氦气，流速：1.5 mL/ min；

e）进样方式：不分流进样；

f）进样量：1.0μL。

C.4.3.2质谱参考条件

a）色谱与质谱接口温度：280℃；

b）离子源温度：230℃；

c）电离方式：电子轰击电离源（EI）；

d）电离能量：70eV；

e）驻留时间：50ms；

f）扫描范围：50m/z~1000 m/z。

C.4.4标准曲线的制作

参照表C.1配制邻苯二甲酸酯系列标准工作液。将系列标准工作液分别注入气相色谱-质谱仪中，测定相应的邻苯二甲酸酯化合物的定量离子的峰面积。

以标准工作液中各邻苯二甲酸酯化合物与内标的浓度比（c/cIS）为横坐标，以各邻苯二甲酸酯化合物与内标的峰面积比(A/AIS)为纵坐标，绘制标准曲线。每个标准曲线的线性回归拟合相对标准偏差（RSD）应小于或等于15％

表C.1 邻苯二甲酸酯的系列标准工作液

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 邻苯二甲酸酯标准中间液体积（μL） | 内标溶液体积（μL） | 定容体积（mL） | 各邻苯二甲酸酯化合物浓度c（μg/mL） | 标记物浓度c（μg/mL） |
| 1 | 50 | 100 | 10 | 0.5 | 0.5 |
| 2 | 100 | 100 | 10 | 1.0 | 1.0 |
| 3 | 250 | 100 | 10 | 2.5 | 2.5 |
| 4 | 500 | 100 | 10 | 5.0 | 5.0 |
| 5 | 1000 | 100 | 10 | 10 | 10 |

C.4.5样品溶液的测定

将1mL制备好的试样转移到PTFE涂层密封的2 mL进样瓶中，向进样瓶中加入10μL内标溶液，密封好，手动倒置进样瓶两次，使溶液充分混合。

将试样溶液注入气相色谱-质谱仪中，测定各邻苯二甲酸酯化合物的定量离子的峰面积，计算得到样品中邻苯二甲酸二乙基己酯、邻苯二甲酸丁苄酯、邻苯二甲酸二丁酯、邻苯二甲酸二异丁酯的浓度。

* 1. 分析结果的表述

样品中邻苯二甲酸酯化合物的含量按式（C.1）计算：

 （C.1）

其中

Xi——样品中某种邻苯二甲酸酯的浓度，单位为微克每克（μg/g）；

A ——某种邻苯二甲酸酯的峰面积；

AIS——内标的峰面积；

cIS——内标的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

a ——标准曲线的斜率；

b ——标准曲线y轴的截距；

D ——稀释倍数

V ——最终萃取体积(30 mL或50 mL)；

m ——样品质量，单位g。