

人造板甲醛释放量检测用穿孔萃取仪的改进

任亮, 颜怀玉, 孔平, 李子豪, 王琦

(辽宁出入境检验检疫局, 辽宁大连 116001)

摘要: 为提高穿孔萃取效率, 针对现用穿孔萃取仪的结构缺陷, 提出改进方案, 并验证改进效果。结果表明: 改进后萃取效率显著提升, 萃取60 min即可达到改进前萃取120 min的效果; 检验准确性和精密性良好, 绝对偏差在0.4~0.6 mg/100g, 相对偏差在1.7%~2.9%, 变异系数在1.3%~1.8%。

关键词: 人造板; 甲醛释放量; 穿孔萃取仪; 萃取效率

中图分类号: TS67; TS653 文献标识码: B 文章编号: 1001-8654 (2016) 05-0024-03

Improvement of Perforator Apparatus for Detecting Formaldehyde Emissions from Wood-based Panels

REN Liang, YAN Huai-yu, KONG Ping, LI Zi-hao, WANG Qi

(Liaoning Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Dalian 116001, Liaoning, China)

Abstract: In order to improve extraction efficiency of perforator apparatus for detecting formaldehyde emissions from wood-based panels, the apparatus structure was improved. Testing results showed that extraction efficiency of the improved apparatus was significantly increased by reducing extraction time from 120 min to 60 min. And the absolute deviation, relative deviation and variation coefficient were 0.4~0.6 mg/100g, 1.7%~2.9% and 1.3%~1.8%, respectively.

Key words: wood-based panels; formaldehyde emissions; perforator apparatus; efficiency

穿孔萃取法是测定人造板中甲醛的传统方法, 由欧洲提出并为我国采用^[1]。GB 18580-2001《室内装修材料 人造板及其制品中甲醛释放限量》规定, 可按照GB/T 17657-1999《人造板及饰面人造板理化性能试验方法》中4.11穿孔萃取法, 检测中/高密度纤维板、刨花板和定向刨花板等产品的甲醛释放量(注: GB/T 17657 已修订为2013版)。

实际检测中发现, 由于现用穿孔萃取仪结构上存在一定缺陷, 一部分甲苯甲醛的混合蒸汽直接沿

萃取管壁流下, 没有通过穿孔器的砂芯进行液-液萃取, 导致萃取效率较低。此外, 由于形成冷凝液滴的位置较多, 且滴速过快而无法准确计数; 雾气或玻璃反光的干扰等原因, 也影响回流速度测定的准确性^[1-3]。

鉴于此, 笔者对现用穿孔萃取仪的结构和回流速度的测定方法做了改进, 旨在提高其萃取效率, 并为相关标准的制/修订提供参考。

1 材料与方法

穿孔萃取法的基本原理是: 将被测试件与甲苯共热, 通过液-固萃取, 使甲醛从试件中析出, 并溶解于甲苯中。然后将溶有甲醛的甲苯通过穿孔器与蒸馏水进行液-液萃取, 使甲醛转溶于蒸馏水中。

收稿日期: 2016-02-22; 修改日期: 2016-08-04

基金项目: 辽宁出入境检验检疫局科技项目“木制品甲醛检测用穿孔萃取仪的改进与应用”(LK 22-2015)。

作者简介: 任亮(1978—), 男, 辽宁出入境检验检疫局高级工程师。

溶有甲醛的蒸馏水溶液与显色剂进行显色反应后,再采用分光光度法进行定量分析。根据被测液的甲醛浓度、试件含水率、试件质量等参数,计算被测人造板的甲醛释放量。

1.1 试验材料

1) 试板:刨花板(OSB),厚15 mm;中密度纤维板(MDF),厚15 mm;高密度纤维板(HDF),厚5 mm。幅面均为2 440 mm×1 220 mm。外购。

2) 试剂:NaOH(化学纯)、淀粉指示剂、硫代硫酸钠(化学纯)、碘(分析纯)、乙酰丙酮(优级纯)、乙酸铵(优级纯)、甲醛(浓度35%~40%)、甲苯(分析纯)等。均外购。

1.2 试验设备

穿孔萃取仪、分光光度计、恒温干燥箱等。

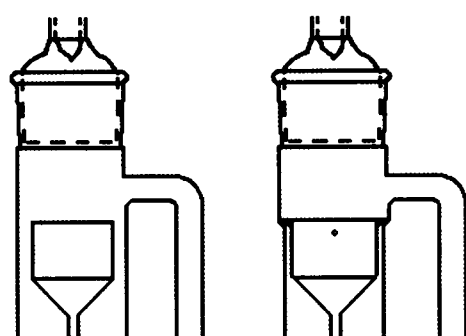
1.3 试验方法

1) 穿孔萃取仪改进

将萃取管管壁上端制作一个带一定坡度的环形凸台,同时将穿孔器的漏斗口向外扩展,带一定坡度。漏斗卡在环形凸台上,采用磨口密封,防止气体冷凝液化后沿萃取管管壁流下。

在距漏斗口上沿10 mm处,打三个直径约5 mm的圆孔,均匀分布于四周,萃取管内液面上升时,便于管内气体排出,避免因管内压力增大,穿孔器中混合液体难以上升到萃取管中而阻碍系统循环。

改进前后穿孔萃取仪的局部示意图,见图1。



改进前

改进后

图1 萃取装置改进前后的局部示意图

Fig.1 Perforator apparatus before and after improvement

2) 回流速度测定

依据质检经验,笔者改进了回流速度的测定方法,具体如下:

首先在萃取管中加入1 000 mL蒸馏水,在管壁外表面标记液面位置,再向穿孔器漏斗加入一定体积的甲苯,直至甲苯液面接近穿孔器砂芯为止(确保后期加入的甲苯能够全部从穿孔器萃取而出)。准确量取30 mL甲苯倒入穿孔器漏斗,待液面稳定后再次标记液面位置。如此反复数次,在萃取管管壁外表面留下若干刻线,两刻线间的甲苯体积为30 mL。

检测时,回流达到稳定状态后,记录两刻线间的液面变化时间。如时间正好为1 min,说明回流速度为30 mL/min;如超过1 min,说明回流速度<30 mL/min,反之则>30 mL/min。

改进后的穿孔萃取仪第一次使用前,需根据此方法确定当回流速度为30 mL/min时,所对应的加热套加热电压,以便在后续使用时,在其他条件不变的情况下,通过调整加热电压,可实现GB/T 17657要求的回流速度。

3) 甲醛释放量检测

依据GB/T 17657-1999,分别检测同一批次OSB、MDF和HDF样品的甲醛释放量,每个样品平行测试2次,取平均值。

1.4 性能评价

1) 萃取效率

分别用改进前后的穿孔萃取仪对同一批次样品进行萃取,设定回流时间为:20 min、40 min、60 min、80 min、100 min和120 min,计算试样的甲醛浓度。相同时间内,甲醛浓度越高,说明萃取效率越高。

2) 准确性及精密性检验

分别采用改进前后的穿孔萃取仪测定同一批次样品的甲醛释放量,改进前回流时间120 min,改进后60 min,重复测试6次,以改进前测量值的平均值作为参照值,计算改进后测量值的绝对偏差、相对偏差和变异系数。

2 结果与讨论

2.1 穿孔萃取效率

穿孔萃取仪改进前后萃取效率的检测结果,列于表1。

由表1可知,随回流时间的延长,三种板材试样的甲醛浓度均呈增大趋势。GB/T 17657要求,从第一滴冷凝液滴下开始计时,萃取120 min。

表 1 萃取装置改进前后的萃取效率
Tab.1 Extraction efficiency of perforator apparatus before and after improvement

回流 时间/ min	甲醛浓度/(mg/100g)					
	OSB		MDF		HDF	
	改前	改后	改前	改后	改前	改后
20	20.5	23.9	26.6	30.4	11.2	13.8
40	24.1	26.7	30.1	33.1	13.1	14.9
60	26.3	27.3	33.5	34.8	14.5	15.6
80	26.6	27.5	33.9	35.2	14.9	15.9
100	26.9	27.8	34.3	35.5	15.2	16.2
120	27.1	27.9	34.5	35.6	15.4	16.3

改进后萃取60 min便可达到改进前120 min的效果,萃取效率显著提高。

2.2 检测准确性和精密性

1) 准确性

穿孔萃取仪改进后准确性检验结果,列于表 2。

表 2 萃取装置改进前后的检测准确性
Tab.2 Testing accuracy of perforator apparatus before and after improvement

样品 编号	甲醛浓度/(mg/100g)					
	OSB		MDF		HDF	
	改前	改后	改前	改后	改前	改后
1	27.3	27.0	34.7	35.1	15.7	15.3
2	26.9	27.5	34.2	34.6	15.2	15.8
3	27.4	27.8	33.1	34.9	14.6	15.1
4	27.8	28.1	33.6	35.4	14.3	15.4
5	25.3	27.1	34.9	34.0	15.4	15.9
6	25.8	26.6	34.6	34.5	15.8	16.1
平均值/ (mg/100g)	26.8	27.4	34.2	34.8	15.2	15.6
绝对偏差/ (mg/100g)	—	0.6	—	0.6	—	0.4
相对偏差/ %	—	2.2	—	1.7	—	2.9

表2数据表明,对三种板材试样而言,改进后同一样品6次检测结果的平均值,相对于改进前的平均值,绝对偏差在0.4~0.6 mg/100g,相对偏差在1.7%~2.9%,说明改进后仪器准确性良好。

2) 精密性

萃取仪改进前后精密性检验结果,列于表 3。

表3数据表明,对三种板材试样而言,改进后同一样品6次检验结果间的变异系数在1.3%~1.8%,比改进前有所降低,说明改进后仪器精密性良好。

表 3 萃取装置改进前后的检测精密性对比
Tab.3 Testing precision of perforator apparatus before and after improvement

样品 编号	甲醛浓度/(mg/100g)					
	OSB		MDF		HDF	
	改前	改后	改前	改后	改前	改后
1	27.3	27.0	34.7	35.1	15.7	15.3
2	26.9	27.5	34.2	34.6	15.2	15.8
3	27.4	27.8	33.1	34.9	14.6	15.1
4	27.8	28.1	33.6	35.4	14.3	15.4
5	25.3	27.1	34.9	34.0	15.4	15.9
6	25.8	26.6	34.6	34.5	15.8	16.1
平均值/ (mg/100g)	26.8	27.4	34.2	34.8	15.2	15.6
标准差/ (mg/100g)	0.9	0.5	0.6	0.5	0.5	0.3
变异系数/ %	3.4	1.8	1.9	1.3	3.6	1.6

改进前由于冷凝回流的甲苯经穿孔萃取的量不可控,存在较大的随意性,而改进后几乎全部的冷凝回流甲苯参与穿孔萃取,萃取过程稳定,故检验准确性和精密性提高。

3 结论

1) 改进后的穿孔萃取仪,通过调整加热套的加热等级,可实现按 GB/T 17657 的要求,准确控制回流速度。

2) 改进后的穿孔萃取仪,萃取效率显著提高,萃取 60 min 即可达到改进前 120 min 的萃取效果;检验结果的绝对偏差在 0.4~0.6 mg/100g,相对偏差在 1.7%~2.9%,变异系数在 1.3%~1.8%。

3) 改进方法简单易行,且未增加加工成本。建议相关国家/行业标准修订时,考虑采用改进后的穿孔萃取仪检测人造板的甲醛释放量,并将回流时间缩短至 60 min。

参考文献:

[1] 邵文峰,李威,石红,等.穿孔萃取法测试人造板中甲醛释放量影响因素分析[J].中国人造板,2009,16(9):20-22.
[2] 张朝发,张士成,沈德君,等.人造板甲醛释放量限值及测试方法的发展[J].林产工业,2005,32(6):48-51.
[3] 孙学东.浅谈萃取仪构造对仪器性能的影响[J].中国人造板,2008,15(8):26-29.

(责任编辑 向 琴、劳万里)