



中华人民共和国国家标准

GB/T 23992—2009

涂料中氯代烃含量的测定 气相色谱法

Determination of chlorhydrocarbon content in coatings—
Gas chromatographic method

2009-06-02 发布

2010-02-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国涂料和颜料标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：中海油常州涂料化工研究院、昆山市世名科技开发有限公司。

本标准主要起草人：于滨、陈瑞芳、杜长森。



涂料中氯代烃含量的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了采用气相色谱法测定涂料中氯代烃含量的方法。这些氯代烃包括：二氯甲烷、二氯乙烷、三氯甲烷、三氯乙烷、四氯化碳以及其他类型的氯代烃。

本标准适用于各种涂料及涂料用原材料。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 3186 色漆、清漆和色漆与清漆用原材料 取样(GB/T 3186—2006, ISO 15528:2000, IDT)

3 原理

试样经稀释溶剂稀释后注入气相色谱仪中，经毛细管色谱柱使被测化合物与其他化合物完全分离后，用电子捕获检测器检测，以内标法定量。

4 试剂和材料

4.1 载气：氮气，纯度 $\geq 99.995\%$ 。

4.2 辅助气体（隔垫吹扫和尾吹气）：与载气具有相同性质的氮气。

4.3 内标物：试样中不存在的化合物，且该化合物能够与色谱图上其他化合物完全分离。纯度至少为99%（质量分数）或已知纯度。例如：溴丙烷等。

4.4 校准化合物：用于校准的化合物，纯度（质量分数）至少为99%或已知纯度。

4.5 稀释溶剂：适于稀释试样的有机溶剂，不含有任何干扰测定的物质，纯度至少为99%（质量分数）或已知纯度。例如：水性涂料可使用乙腈、甲醇或二甲基甲酰胺等；溶剂型涂料可使用乙酸乙酯、正己烷等。

5 仪器设备

5.1 气相色谱仪，具有以下配置：

5.1.1 分流装置的进样口，并且汽化室内衬可更换。

5.1.2 程序升温控制器。

5.1.3 检测器

可以使用下列三种检测器中的任意一种：

5.1.3.1 电子捕获检测器(ECD)。

5.1.3.2 已校准并调谐过的质谱仪或其他质量选择检测器。

5.1.3.3 已校准过的傅立叶变换红外光谱仪(FT-IR 光谱仪)。

注：如果选用5.1.3.2或5.1.3.3检测器对被测化合物进行定性鉴定，仪器应与气相色谱仪相连并根据仪器制造商的相关说明进行操作。

5.1.4 色谱柱：应能有效的分离被测化合物。如：(5%苯基)95%甲基聚硅氧烷毛细管柱或相当型号。

5.2 进样器：容量至少是进样量的两倍。

5.3 样品瓶:约 10 mL 的玻璃瓶,具有可密封的瓶盖。

5.4 天平:精度 0.1 mg。

6 取样

按 GB/T 3186 的规定,取受试产品的代表性样品。

7 气相色谱测试条件

7.1 色谱条件 1

色谱柱:(5%苯基)95%甲基聚硅氧烷毛细管柱,30 m×0.25 mm×0.25 μm;

进样口温度:250 °C;

柱温:程序升温:初始温度 40 °C 保持 15 min,再以 10 °C/min 升至 150 °C 保持 2 min,然后以 50 °C/min 升至 250 °C 保持 2 min;

检测器:ECD;检测器温度:300 °C;

载气流速:2.0 mL/min;

分流比:分流进样,分流比可调。

7.2 色谱条件 2

色谱柱:聚二甲基硅氧烷毛细管柱,30 m×0.25 mm×0.25 μm;

进样口温度:250 °C;

柱温:程序升温:初始温度 40 °C 保持 9 min,再以 20 °C/min 升至 150 °C 保持 5 min,然后以 50 °C/min 升至 250 °C 保持 2 min;

检测器:ECD;检测器温度:300 °C;

载气流速:1.0 mL/min;

分流比:分流进样,分流比可调。

注:也可根据所用气相色谱仪的具体配置、性能及待测试样的实际情况选择最佳的气相色谱测试条件。

8 测试步骤

所有试验进行二次平行测定。

8.1 色谱仪参数优化

按第 7 章给出的参考色谱条件,每次都应使用已知的校准化合物对其进行最优化处理,使仪器的灵敏度、稳定性和分离效果处于最佳状态。

进样量和分流比应相匹配,以免超出色谱柱的容量,并在仪器检测器的线性范围内。

8.2 样品的定性分析

8.2.1 按 8.1 的规定使仪器参数最优化。

8.2.2 称取约 2 g 的样品于样品瓶(5.3)中,用适量的稀释溶剂(4.5)稀释样品,混合均匀后用进样器(5.2)将适量(水性涂料约 1.0 μL;溶剂型涂料约 0.2 μL)的试样注入色谱仪。优先选用的方法是气相色谱仪与质量选择检测器(5.1.3.2)或傅里叶变换红外光谱仪(5.1.3.3)联用。

8.3 校准

8.3.1 校准样品的配置:分别称取一定量(精确至 0.1 mg)在 8.2 中鉴定出的各种被测化合物的校准化合物于样品瓶(5.3)中,称取的质量与待测样品中所含的各种被测化合物的含量应在同一数量级,再称取与待测化合物同一数量级的内标物(4.3)于同一样品瓶中,用稀释溶剂(4.5)稀释混合物(其稀释浓度应在仪器检测器线性范围内,若超出应加大稀释倍数或逐级多次稀释),密封样品瓶并摇匀。

8.3.2 相对校正因子的测试:在与测试试样相同的色谱条件下按 8.1 的规定优化仪器参数,将适量的校准混合物注入气相色谱柱中,记录色谱图。

按式(1)计算每种被测化合物的相对校正因子 R_i :

$$R_i = \frac{m_{ci} \times A_{is}}{m_{is} \times A_{ci}} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

R_i ——化合物 i 的相对校正因子;
 m_{ci} ——校准混合物中化合物 i 的质量,单位为克(g);
 m_{is} ——校准混合物中内标物的质量,单位为克(g);
 A_{is} ——内标物的峰面积;
 A_{ci} ——化合物 i 的峰面积。

测定结果保留三位有效数字。

8.4 试样的测定

8.4.1 试样的配制:称取约 2 g 的待测样品(精确至 0.1 mg)以及与被测化合物同一数量级的内标物(4.3)于样品瓶(5.3)中,用适量稀释溶剂(4.5)稀释试样,密封样品瓶并混合均匀。

8.4.2 按校准时的最优化条件设定仪器参数。

8.4.3 将适量(水性涂料约 1.0 μ L;溶剂型涂料约 0.2 μ L)按 8.4.1 配制的试样注入气相色谱仪中,记录色谱图并记录被测化合物的峰面积。

8.5 计算

8.5.1 按下列公式计算水性涂料中每种被测化合物的含量:

$$w_i = \frac{m_{is} \times A_i \times R_i}{m_s \times A_{is}} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

w_i ——测试试样中被测化合物 i 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
 R_i ——被测化合物 i 的相对校正因子;
 m_{is} ——内标物的质量,单位为克(g);
 m_s ——测试试样的质量,单位为克(g);
 A_{is} ——内标物的峰面积;
 A_i ——被测化合物 i 的峰面积。

8.5.2 按下列公式计算溶剂型涂料中每种被测化合物的含量:

$$w_i = \frac{m_{is} \times A_i \times R_i}{m_s \times A_{is}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

w_i ——测试试样中被测化合物 i 的质量分数,以%表示;
 R_i ——被测化合物 i 的相对校正因子;
 m_{is} ——内标物的质量,单位为克(g);
 m_s ——测试试样的质量,单位为克(g);
 A_{is} ——内标物的峰面积;
 A_i ——被测化合物 i 的峰面积。

8.6 精密度

8.6.1 重复性

同一测试者两次测定结果的相对偏差小于 5%。

8.6.2 再现性

不同实验室间测定结果的相对偏差小于 10%。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
涂料中氯代烃含量的测定
气相色谱法

GB/T 23992—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

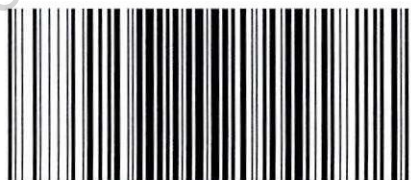
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2009年8月第一版 2009年8月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-38517 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 23992—2009

打印日期: 2009年10月10日