

中华人民共和国国家标准

GB/T 23986—2009/ISO 11890-2:2006

色漆和清漆 挥发性有机化合物(VOC) 含量的测定 气相色谱法

Paints and varnishes—Determination of volatile organic
compound (VOC) content—Gas-chromatographic method

(ISO 11890-2:2006, Paints and varnishes—Determination of volatile organic
compound (VOC) content—Part 2: Gas-chromatographic method, IDT)

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



目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	2
5 需要补充的资料	2
6 仪器	2
7 试剂	4
8 取样	4
9 测试步骤	4
10 计算	6
11 结果的表示	7
12 精密度	7
13 试验报告	7
附录 A (规范性附录) 需要补充的资料	9
附录 B (资料性附录) 气相色谱测试条件的示例	10
参考文献	12

前 言

本标准等同采用国际标准 ISO 11890-2:2006《色漆和清漆——挥发性有机化合物(VOC)含量的测定——第2部分:气相色谱法》(英文版)。

本标准等同翻译 ISO 11890-2:2006。

为了便于使用,本标准编辑性修改内容如下:

——用“本标准”代替“本国际标准”;

——删除国际标准的前言;

——对 ISO 11890-2:2006 引用的其他国际标准,有被等同采用为我国标准的,用我国标准代替对应的国际标准,未被等同采用为我国标准的直接引用国际标准;

——删除国际标准名称中的“第二部分”;

——由于目前国内测定涂料中水分含量大多数采用气相色谱法,因此在 9.2 中增加了注 3 的内容。

本标准的附录 A 为规范性附录,附录 B 为资料性附录。

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、昆山世名科技开发有限公司。

本标准主要起草人:季军宏、黄宁、杜长森。



色漆和清漆 挥发性有机化合物(VOC) 含量的测定 气相色谱法

1 范围

本标准是有关色漆、清漆及相关产品取样和试验的系列标准之一。

本标准规定了一种测定色漆、清漆及其原材料中挥发性有机化合物(VOC)含量的方法,主要适用于预期 VOC 含量大于 0.1%(质量分数)、小于 15%(质量分数)的样品。当 VOC 含量大于 15%(质量分数)时,可采用 GB/T 23985 中规定的较为简单的方法测定其含量。

本方法假定挥发物是水或有机物。然而,也可能存在其他的挥发性无机化合物,这可能需要用其他合适的方法进行定量测定并在计算时考虑扣除。

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)

GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)[GB/T 6283—1986,eqv ISO 760:1978,Determination of water—Karl Fisher method(General method)]

GB/T 6750 色漆和清漆 密度的测定 比重瓶法(GB/T 6750—2007,ISO 2811-1:1997,Paints and varnishes—Determination of density—Part 1:Pyknometer method,IDT)

GB/T 20777 色漆和清漆 试样的检查和制备(GB/T 20777—2006,ISO 1513:1992,IDT)

GB/T 21862.2 色漆和清漆 密度的测定 第 2 部分:落球法(GB/T 21862.2—2008,ISO 2811-2:1997,IDT)

GB/T 21862.3 色漆和清漆 密度的测定 第 3 部分:振动法(GB/T 21862.3—2008,ISO 2811-3:1997,IDT)

GB/T 21862.4 色漆和清漆 密度的测定 第 4 部分:压杯法(GB/T 21862.4—2008,ISO 2811-4:1997,IDT)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

挥发性有机化合物(VOC) volatile organic compound

在所处环境的正常温度和压力下,能自然蒸发的任何有机液体或固体。

注 1:目前涂料领域所使用的术语 VOC,参见挥发性有机化合物含量(VOC 含量)。

注 2:美国政府法规中规定,术语 VOC 仅限于指那些在大气中具有光化学活性的化合物(见 ASTM D3960),而任何其他化合物被定义为豁免化合物。

[见 ISO 4618:2006]

注 3:欧洲法规如欧盟指令 2004/42/EC 中规定,术语 VOC 是指在 101.3 kPa 标准压力下,沸点最高可达 250 °C 的挥发性有机化合物。

3.2

挥发性有机化合物含量(VOC含量) volatile organic compound content

在规定的条件下,所测得的涂料中存在的挥发性有机化合物的含量。

注1:所需考虑的化合物的性质和数量将取决于涂料应用的领域。对于每个应用领域来说,测定或计算的方法以及限量值是通过法规规定或双方约定。

[见 ISO 4618:2006]

注2:如果术语 VOC 是以最高沸点定义的化合物(见 3.1 中的注 3),则将沸点低于限定值的化合物看作为 VOC 含量的部分,而沸点高于该限定值的化合物看作为非挥发性有机化合物。

3.3

豁免化合物 exempt compound

不参与大气中光化学反应的有机化合物。

注:见 3.1 中的注 2 和注 3。

3.4

待测 ready for use

根据生产商的说明,以正确的比例混合产品,如需稀释,应采用合适的稀释剂进行稀释,以使样品的状态能用已认可的方法进行测试。

4 原理

准备好样品后,采用气相色谱技术分离 VOCs。根据样品的类型,选择热进样或冷柱进样方式,优先选用热进样方式。化合物经定性鉴定后,用内标法以峰面积值来定量。用这种方法也可以测定水分含量,这取决于所用的仪器。然后进行计算并得出样品的 VOC 含量。

5 需要补充的资料

对于任何特定的应用而言,本部分所规定的试验方法需要用补充资料来加以完善。补充资料的内容在附录 A 中列出。

6 仪器

6.1 气相色谱仪

根据制造商的说明安装和使用仪器,所有与试验样品接触的仪器部件都应由对样品惰性的,且本身不会发生化学反应的材料(例如玻璃)制成。

6.2 样品进样方式

6.2.1 通则

采用 6.2.2 和 6.2.3 中规定的两种方式中的一种。

6.2.2 带分流装置的热进样方式(优先选择)

仪器应带有分流装置,并且进样口温度可以调节。进样口温度的设定精度为 1 °C,分流比应能调节,并能被监控。分流装置的衬管内应填充硅烷化玻璃毛,以留住不挥发性组分,必要时应清洁衬管并填充新的玻璃毛或更换衬管,以排除由于漆基或颜料的残留物(如被吸附的化合物)引起的误差。色谱峰拖尾,特别是一些低挥发性组分的峰拖尾,表明产生了吸附。

6.2.3 带分流装置的冷进样方式

冷进样方式须用程序升温技术,加热范围从室温到 300 °C,并配有分流装置,且分流衬管应由如玻璃的惰性材料制成。分流衬管内应填充硅烷化玻璃毛,并按 6.2.2 中的规定进行维护,同时分流比应能调节,并能被监控。

如果进样装置配有自动进样器,特别是选用热进样方式,测试方法的精密将会提高。当使用自动

进样器时应遵循制造商的说明进行操作。

6.2.4 进样方式的选择

选择热进样方式,还是冷进样方式,取决于试验样品的类型。对于在高温下会释放出干扰测定结果的物质的样品必须选用冷进样方式。

在不同的样品进样口温度下,通过观察色谱图的变化(例如出现异形峰或峰形大小的改变),可以判断样品是否发生裂解或分解反应。

热进样方式适合于所有的挥发性组分、化合物以及漆基或添加剂的裂解产物。漆基或添加剂的裂解产物能通过冷进样口程序升温的后期洗脱出来,因此采用冷进样方式就能分离与样品中的组分相同的裂解产物。

6.3 柱箱

柱箱的温度应能够在 40 °C~300 °C 内进行恒温 and 程序升温操作,柱箱温度的波动不应超过 1 °C。程序升温的最终温度不应超过柱子的最高使用温度(参见 6.5)。

6.4 检测器

可以使用以下三种检测器中的任意一种,或对某些特定化合物适用的其他类型的检测器。

6.4.1 火焰离子化检测器(FID),操作温度最高可达 300 °C,为了防止冷凝,检测器温度应至少比柱箱的最高使用温度高 10 °C。检测器的气体供给、进样量、分流比和增益设置应进行优化处理,以使计算时的信号(峰面积)正比于样品量。

6.4.2 已校准并调谐过的质谱仪或其他质量选择检测器。

6.4.3 已校准过的傅立叶变换红外光谱仪(FT-IR 光谱仪)。

6.5 毛细管柱

柱子由玻璃或熔融石英制成。柱的长度应能足够分离挥发物,其最大内径为 0.32 mm,并涂以适当膜厚度的固定相,如未改性的或苯基改性的聚二甲基硅氧烷或聚乙二醇等,以提供良好的峰分离。应选择好固定相和柱长度以满足特定的分离要求(参见附录 B 中的示例)。

应选择合适的毛细管柱、升温程序以及标记物,以便使样品中按沸点定义 VOCs 的化合物(见 3.1 中注 3),先于沸点标记物(见 7.4)洗提出,而非 VOCs 的化合物于标记物之后洗提出。当沸点限定值设为 250 °C 并采用极性固定相时,推荐选择 7.4 中给出的标记物、DB-1301™ 毛细管柱或其他等效柱,柱长不小于 60 m,内径 0.32 mm,膜厚约 1 μm。

6.6 定性分析设备

如分离出的组分用质量选择检测器或傅立叶变换红外光谱仪进行鉴定分析,应根据制造商的说明进行仪器与气相色谱仪的联机操作。

6.7 注射器

注射器的容量至少是进样量的两倍。

6.8 图谱记录仪

适用于记录气相色谱图的补偿式图谱记录仪。

6.9 积分仪

应采用电子数据处理仪器(积分仪或计算机)测量峰面积,校准和测试分析时选用的积分参数应一致。

6.10 样品瓶

使用由化学惰性材料(如玻璃)制成的小瓶,用合适的隔垫瓶盖(如涂有聚四氟乙烯的橡胶隔垫)密封。

6.11 气体过滤器

过滤器应安装在气相色谱仪的连接管中,以吸附气体中的残留杂质(见 6.12)。

6.12 气体

6.12.1 载气:干燥、无氧的氮气,氮气或氢气,纯度至少为 99.999%(体积分数)。

6.12.2 检测器气体:氢气,纯度至少为 99.999%(体积分数);以及空气(制备),不含有机化合物。

6.12.3 辅助气体:与载气具有相同性质的氮气或氦气。

7 试剂

7.1 内标物

内标物应是试验样品中没有的化合物,且能与色谱图中的其他组分完全分离,对样品组分是惰性的,并在测试的温度范围内稳定,且纯度已知。如异丁醇、二乙二醇二甲醚等这些化合物都可作为内标物。

7.2 校准化合物

用于校准的化合物,其纯度至少为 99%(质量分数),或纯度已知。

7.3 稀释溶剂

适于稀释样品的有机溶剂,其纯度至少为 99%(质量分数),或纯度已知,且不应含有干扰测定结果的任何物质,例如引起色谱图中的峰重叠。应经常单独注入溶剂进行操作,以观察是否有杂质和可能存在的干扰峰,特别是在做痕量分析时更须如此。

注:如甲醇、四氢呋喃等都可作为稀释溶剂。

7.4 标记物

如果术语 VOC 是指已规定的最高沸点以下的化合物(见 3.1 中的注 3),则应使用一种纯度已知,且其沸点在限定值附近 $\pm 3^{\circ}\text{C}$ 的标记物。

示例:如果沸点限定值为 250°C ,沸点为 252.6°C 的十四烷可作为非极性样品体系的标记物,沸点为 251°C 的己二酸二乙酯可作为极性样品体系的标记物。

8 取样

按 GB/T 3186 的规定,取试验产品(或多道涂层体系中的每一种产品)中的代表性样品。

按 GB/T 20777 的规定,检查和制备每一个试验样品,准备“待测”状态下的最终试验样品。

9 测试步骤

9.1 密度

如果计算时需要密度值(见 10.3~10.5),可根据样品的类型,使用 GB/T 6750、GB/T 21862.2、GB/T 21862.3 和 GB/T 21862.4 标准中能给出最好精密度的方法测定样品的密度。密度的测定在 23°C 下进行。

9.2 水分含量

如果计算时需要水分含量(见 10.4~10.5),采用 GB/T 6283 中给出的方法测定水分含量,以质量分数表示。要选择不受样品中含有的化合物干扰的卡尔·费休试剂。如果化合物是未知的,应定性鉴定这些化合物(见 9.4)。

注 1:可能会产生干扰的典型化合物是酮类和醛类。试剂生产商一般会附带说明书以指导人们正确地选择试剂。

注 2:如果试验产品很明显或已知不含水,则无需测定水分含量,可将水分含量设定为零。

注 3:水分含量的测定也可采用气相色谱法。

9.3 气相色谱条件

9.3.1 选用的气相色谱条件取决于被分析的样品,并且每次都应使用已知的校准混合物对仪器进行优化处理,参见附录 B 中热进样方式和冷进样方式的示例。

9.3.2 进样量和分流比应相匹配,以免超出色谱柱的极限容量,并在检测器的线性范围内。峰形不对

称表明气相色谱系统可能过载。

9.4 样品的定性分析

如果样品中的有机化合物是未知的,则需对其进行定性鉴定。优先选择气相色谱仪与质量选择检测器或傅立叶变换红外光谱仪联用(见 6.6),并使用 9.3 中给出的色谱操作条件。

9.5 校准

9.5.1 如果校准中用到的化合物都可以购买到,使用下列方法测定其相对校正因子:

9.5.1.1 在样品瓶(6.10)中称入 9.4 中定性出的化合物,精确至 0.1 mg,称取的质量与试验样品中各自组分的含量应在同一数量级。

再称取与待测化合物相近质量的内标物(7.1)到同一样品瓶中,用稀释溶剂(7.3)稀释混合物,在与测试样品时相同的色谱操作条件下进样测定。

9.5.1.2 按 9.3 的规定优化仪器参数。

9.5.1.3 再将适量的校准混合物注入气相色谱仪中,按式(1)计算每种化合物的相对校正因子:

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

式中:

r_i ——化合物 i 的相对校正因子;

m_{is} ——校准混合物中内标物的质量,单位为克(g);

m_{ci} ——校准混合物中化合物 i 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。

9.5.2 如果出现未能定性的色谱峰或无法购买到校准用的化合物时,则应假定其相对校正因子为 1.0。

9.6 样品制备

称取样品约 1 g~3 g(精确至 0.1 mg)以及与待测化合物相近质量的内标物到同一样品瓶中,用适量的稀释溶剂稀释样品,密封样品瓶,并摇匀。

注:带颜料的或其他复杂的样品需通过离心净化。

9.7 化合物含量的定量测定

9.7.1 按校准时的优化条件设定仪器参数。

9.7.2 如果术语 VOC 是指已规定的最高沸点以下的化合物(见 3.1 中的注 3),通过单独的色谱分析,测定标记物的保留时间,该保留时间可确定为色谱图中 VOC 测定的积分终点。应选择按沸点给出洗提时间的色谱柱。

9.7.3 将 0.1 μ L~1 μ L 的试验样品注入气相色谱仪中,并记录色谱图。测定每种化合物的峰面积,或者如果术语 VOC 是指已规定的最高沸点以下的化合物(见 3.1 中的注 3),测定保留时间低于标记物的所有化合物的峰面积,然后按式(2)计算 1 g 试验样品中所含的每种化合物的质量:

$$m_i = \frac{r_i \times A_i \times m_{is}}{m_s \times A_{is}} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_i ——1 g 试验样品中化合物 i 的质量,单位为克(g);

r_i ——化合物 i 的相对校正因子(见 9.5.1.3);

A_i ——化合物 i 的峰面积;

A_{is} ——内标物的峰面积;

m_{is} ——试验样品中内标物的质量,单位为克(g)(见 9.6);

m_s ——试验样品的质量,单位为克(g)(见 9.6)。

注:某些溶剂,如汽油,会洗提出一系列色谱峰,假定此间隔时间内没有其他化合物共洗提出,对大多数的记录积分仪,能把全部峰面积加和并按一个峰处理,如果积分仪没有这个功能,则手工加和整个峰面积,并用上面的公式

计算出试验样品中的溶剂含量。

9.7.4 平行测试。

10 计算

10.1 通则

按试验样品参照的标准中所规定的方法计算 VOC 含量。如没有规定特定的方法,按方法 1 计算 VOC 含量。

由于方法 1 不涉及密度的测定(会引入其他误差),精密度较好,是一种优先选择的计算方法。

10.2 方法 1:“待测”样品的 VOC 含量,以质量分数(%)表示,按式(3)计算:

$$w(\text{VOC}) = \sum_{i=1}^{i=n} m_i \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- w(VOC)——“待测”样品的 VOC 含量,以质量分数(%)表示;
- m_i ——1 g 试验样品中化合物 i 的质量,单位为克(g)(见 9.7.3);
- 100——质量(克每克,g/g)换算成质量分数(%)的换算系数。

10.3 方法 2:“待测”样品的 VOC 含量,单位以克每升(g/L)表示,按式(4)计算:

$$\rho(\text{VOC}) = \sum_{i=1}^{i=n} m_i \times \rho_s \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- $\rho(\text{VOC})$ ——“待测”样品的 VOC 含量,单位为克每升(g/L);
- m_i ——1 g 试验样品中化合物 i 的质量,单位为克(g)(见 9.7.3);
- ρ_s ——试验样品在 23 °C 时的密度,单位为克每毫升(g/mL)(见 9.1);
- 1 000——质量(克每克,g/g)换算成克每升(g/L)的换算系数。

10.4 方法 3:“待测”样品扣除水后的 VOC 含量,单位以克每升(g/L)表示,按式(5)计算:

$$\rho(\text{VOC})_{1w} = \left[\frac{\sum_{i=1}^{i=n} m_i}{1 - \rho_s \times \frac{m_w}{\rho_w}} \right] \times \rho_s \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

- $\rho(\text{VOC})_{1w}$ ——“待测”样品扣除水后的 VOC 含量,单位为克每升(g/L);
- m_i ——1 g 试验样品中化合物 i 的质量,单位为克(g)(见 9.7.3);
- m_w ——1 g 试验样品中水的质量,单位为克(g)(见 9.2);
- ρ_s ——试验样品在 23 °C 时的密度,单位为克每毫升(g/mL)(见 9.1);
- ρ_w ——水在 23 °C 时的密度,单位为克每毫升(g/mL)(=0.997 537 g/mL);
- 1 000——换算系数。

10.5 方法 4:“待测”样品扣除水和豁免化合物(仅在有关国家法规要求时适用)后的 VOC 含量,单位以克每升(g/L)表示,按式(6)计算:

$$w(\text{VOC})_{1we} = \left[\frac{\sum_{i=1}^{i=n} m_i - \sum_{eci=1}^{eci=n} \frac{m_{eci}}{\rho_{eci}}}{1 - \rho_s \times \frac{m_w}{\rho_w} - \rho_s \times \sum_{i=1}^n \frac{m_{eci}}{\rho_{eci}}} \right] \times \rho_s \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

- $w(\text{VOC})_{1we}$ ——“待测”样品扣除水和豁免化合物后的 VOC 含量,单位为克每升(g/L);
- m_i ——1 g 试验样品中化合物 i 的质量,单位为克(g)(见 9.7.3);

- m_{eci} ——1 g 试验样品中豁免化合物 i 的质量,单位为克(g);
- m_w ——1 g 试验样品中水的质量,单位为克(g)(见 9.2);
- ρ_s ——试验样品在 23 °C 时的密度,单位为克每毫升(g/mL)(见 9.1);
- ρ_w ——水在 23 °C 时的密度,单位为克每毫升(g/mL)(=0.997 537 g/mL);
- ρ_{eci} ——豁免化合物 i 的密度,单位为克每毫升(g/mL);
- 1 000——换算系数。

11 结果的表示

如果两次测定结果(平行测定)的差值大于 12.2 中规定的最大值时,则需重新测定。

计算两个有效结果(平行测定)的平均值,对于质量分数大于 1% 的数值,精确至 0.1%;对于质量分数小于或等于 1% 的数值,精确至 0.01%。

12 精密度

12.1 通则

按 ISO 5725-1 和 ISO 5725-2 进行实验室间试验来测定本试验方法的精密度。由 5~7 个实验室对 4 个不同材料进行测试。由于一些试验结果不在试验方法规定的范围内(见表 1 中脚注“a”),所以计算精密度时,这些结果不予考虑,它们的 VOC 含量大于 15%(质量分数),用 GB/T 23985 方法测试,精密度较好。

表 1 实验室间的试验结果

参 数	分散型涂料	阴极电泳漆	水性漆	双组分清漆 ^a
实验室个数	5	7	5	6
重复测定次数	5	5	5	5
平均值,以质量分数(%)计	0.36	11.68	11.83	43.36
再现性标准偏差	0.04	0.24	1.22	4.73
再现性变异系数	10.4	2.0	10.3	10.9
重复性标准偏差	0.01	0.17	0.88	0.64
重复性变异系数	2.6	1.5	7.7	1.5

^a 由于 VOC 含量平均值大于 15%(质量分数),所以在计算精密度时不考虑。

12.2 重复性限 r

重复性限 r ,是指由同一操作者在同一实验室用标准化的试验方法,对同一材料在短的时间间隔内得到的两个单一试验结果(每个结果均为平行测定的平均值)之间的绝对差值低于该值,则结果值得信赖。

用本试验方法进行 5 次重复测定的重复性,以重复性的变异系数 $CV(r)$ 表示,介于 1%~8% 之间。

12.3 再现性限 R

再现性限 R ,是指由不同操作者在不同实验室用标准化的试验方法,对同一材料得到的两个试验结果(每个结果均为平行测定的平均值)之间的绝对差值低于该值,则结果值得信赖。

本试验方法的再现性,以再现性的变异系数 $CV(R)$ 表示,介于 2%~11% 之间。

13 试验报告

试验报告至少应包括以下信息:

- a) 注明参照本标准(GB/T 23896);

- b) 完全识别受试产品所必要的全部细节(生产商、商标、批号等);
- c) 附录 A 涉及的补充资料的内容;
- d) 注明上述 c)项中补充资料所参照的国际标准或国家标准、产品规范或其他文件;
- e) 试验结果,如第 10 章所示,及所用的计算方法(10.2,10.3,10.4 或 10.5);
- f) 与规定的试验方法的任何差异;
- g) 试验日期。

附录 A
(规范性附录)
需要补充的资料

为使本方法能正常使用,应适当提供本附录中所列补充资料的条款。

所需要的资料最好由有关方商定,可以全部或部分地取自与受试产品有关的国际标准、国家标准或其他文件。

- a) 要测定的有机化合物(见第 9 章);
- b) 选用的实验条件(见第 9 章);
- c) 选用的沸点标记物(见 7.4)
- d) a)中的有机化合物哪些是豁免化合物;
- e) 使用的计算方法(见第 10 章)。



附录 B
(资料性附录)
气相色谱测试条件的示例

B.1 水可稀释样品的热进样方式

进样口温度	250 °C
分流比:	1 : 40
进样量:	0.5 μL, 自动进样
柱箱升温程序:	初始温度: 100 °C 恒温: 1 min 升温速率: 20 °C/min 最终温度: 260 °C 恒温: 21 min
检测器温度:	260 °C
载气:	氦气 柱前压: 124 kPa (18 psi) 柱流速: 27.3 cm/s (柱箱温度 100 °C 时)
色谱柱 ¹⁾ :	柱长: 60 m 柱内径: 0.32 mm 6% 氰丙苯基/94% 聚二甲基硅氧烷毛细管柱 膜厚: 1.0 μm

B.2 水可稀释样品的冷进样方式

冷进样口升温程序:	进样口温度: 30 °C 升温速率: 10 °C/s 一阶温度: 100 °C 恒温: 10 s 升温速率: 10 °C/s 二阶温度: 260 °C 恒温: 240 s 分流比: 1 : 20
进样量:	0.2 μL
柱箱升温程序:	初始温度: 50 °C 恒温: 4 min 升温速率: 8 °C/min 最终温度: 240 °C 恒温: 10 min
检测器温度:	280 °C
载气:	氦气

1) 推荐使用 DB-1301™ 毛细管柱。

色谱柱: 柱前压:150 kPa
柱长:50 m
柱内径:0.32 mm
聚二甲基硅氧烷毛细管柱
膜厚:1.0 μm

B.3 不含水样品的热进样方式

进样口温度 250 $^{\circ}\text{C}$
分流比: 1:100
进样量: 0.2 μL , 自动进样
柱箱升温程序: 初始温度:40 $^{\circ}\text{C}$
升温速率:3 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$
最终温度:175 $^{\circ}\text{C}$
恒温:15 min
检测器温度: 260 $^{\circ}\text{C}$
载气: 氮气
柱前压:170 kPa
色谱柱: 柱长:50 m
柱内径:0.2 mm
聚二甲基硅氧烷毛细管柱
膜厚:0.25 μm

B.4 不含水样品的冷进样方式

冷进样口升温程序: 进样口温度:40 $^{\circ}\text{C}$
升温速率:10 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$
一阶温度:100 $^{\circ}\text{C}$
恒温:10 s
升温速率:10 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$
二阶温度:250 $^{\circ}\text{C}$
恒温:200 s
分流比:1:100
进样量: 0.2 μL
柱箱升温程序: 初始温度:40 $^{\circ}\text{C}$
升温速率:3 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$
最终温度:175 $^{\circ}\text{C}$
恒温:10 min
检测器温度: 260 $^{\circ}\text{C}$
载气: 氮气
柱前压:170 kPa
色谱柱: 柱长:50 m
柱内径:0.32 mm
聚二甲基硅氧烷毛细管柱
膜厚:0.25 μm

参 考 文 献

- [1] GB/T 23985 色漆和清漆 挥发性有机化合物(VOC)含量的测定 差值法(GB/T 23985—2009,ISO 11890-1:2007,Paints and varnishes—Determination of volatile organic compound (VOC) content—Part 1:Difference method,IDT)
 - [2] ISO 4618:2006 色漆和清漆——术语和定义
 - [3] ISO 5725-1 测定方法及其结果的精确度(准确性和精密度)——第1部分:通用原理和定义
 - [4] ISO 5725-2 测定方法及其结果的精确度(准确性和精密度)——第2部分:标准测量方法的重复性和再现性的基本方法
 - [5] ASTM D3960 测定色漆及相关涂料中挥发性有机化合物(VOC)含量的推荐方法标准
 - [6] 欧盟指令 2004/42/EC
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
色漆和清漆 挥发性有机化合物(VOC)
含量的测定 气相色谱法

GB/T 23986—2009/ISO 11890-2:2006

*

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 1.25 字数 24 千字

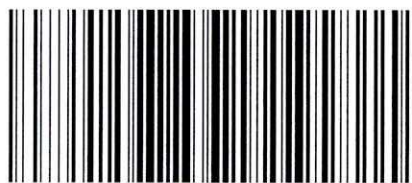
2009年9月第一版 2009年9月第一次印刷

*

书号:155066·1-38626 定价 21.00 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 23986-2009