



中华人民共和国国家标准

GB/T 23990—2009

涂料中苯、甲苯、乙苯和二甲苯含量的测定 气相色谱法

Determination of the contents of benzene, toluene, ethylbenzene and
xylene in coatings by gas chromatography

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、昆山世名科技发展有限公司。

本标准主要起草人：于滨、周湘玲、杜长森。

涂料中苯、甲苯、乙苯和二甲苯含量的测定

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苯、甲苯、乙苯和二甲苯的含量。

本标准中 A 法适用于溶剂型涂料中苯、甲苯、乙苯和二甲苯含量的测定；B 法适用于水性涂料中苯、甲苯、乙苯和二甲苯含量的测定。

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

试样经稀释后，直接注入气相色谱仪中，经色谱分离技术使被测化合物分离，用氢火焰离子化检测器检测，采用内标法定量。

4 试剂和材料

4.1 载气：氮气，纯度 $\geq 99.995\%$ 。

4.2 燃气：氢气，纯度 $\geq 99.995\%$ 。

4.3 助燃气：空气。

4.4 辅助气体（隔垫吹扫和尾吹气）：与载气具有相同性质的氮气。

4.5 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成分完全分离。纯度至少为 99%（质量分数），或已知纯度。例如：溶剂型涂料用正庚烷、正戊烷等；水性涂料用异丁醇等。

4.6 校准化合物：苯、甲苯、乙苯和二甲苯。纯度至少为 99%（质量分数），或已知纯度。

4.7 稀释溶剂：用于稀释试样的有机溶剂，不含有任何干扰测试的物质。纯度至少为 99%（质量分数），或已知纯度。例如：溶剂型涂料用乙酸乙酯、正己烷等；水性涂料用乙腈、四氢呋喃等。

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 火焰离子化检测器（FID）。

5.1.4 色谱柱：应能使被测化合物足够分离。如：聚二甲基硅氧烷毛细管柱或 6% 腈丙苯基/94% 聚二甲基硅氧烷毛细管柱、聚乙二醇毛细管柱；或相似型号。

5.2 进样器：容量至少为进样量的两倍。

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 气相色谱测试条件 1

色谱柱:聚二甲基硅氧烷毛细管柱,30 m×0.32 mm 内径×0.25 μm 膜厚;

进样口温度:250 °C;

柱温:初始温度 40 °C 保持 5 min,然后以 10 °C/min 升至 260 °C 保持 5 min;

检测器温度:280 °C;

载气流速:1.0 mL/min;

分流比:分流进样,分流比可调。

7.2 气相色谱测试条件 2

色谱柱:6%腈丙苯基/94%聚二甲基硅氧烷毛细管柱,60 m×0.32 mm 内径×1.0 μm 膜厚;

进样口温度:200 °C;

柱温:初始温度 65 °C 保持 16 min,以 15 °C/min 升至 130 °C 保持 5 min;再以 10 °C/min 升至 150 °C 保持 7 min;

检测器温度:300 °C;

载气流速:0.9 mL/min 保持 15 min,以 10 mL/min² 升至 1.5 mL/min 保持 10 min,再以 30 mL/min² 升至 4 mL/min 保持 2 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 溶剂型涂料中苯、甲苯、乙苯和二甲苯含量的测定(A 法)

所有试验进行二次平行测定。

8.1 色谱仪参数优化

按第 7 章中的色谱条件,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。

8.2 定性分析

8.2.1 按 8.1 所示使仪器参数最优化。

8.2.2 被测化合物保留时间的测定:注入 0.2 μL 含 4.6 所示被测化合物的标准溶液,记录各被测化合物的保留时间。

8.2.3 定性检验样品中的被测化合物:取约 2 g 的样品用乙酸乙酯(4.7)稀释,取 0.2 μL 注入色谱仪中,确定是否存在被测化合物。

8.3 校准

8.3.1 称取一定量(精确至 0.1 mg)各种校准化合物于样品瓶中,称取的量与待测产品中各自的含量应相当。

称取与待测化合物相近数量的内标物(4.5)于同一样品瓶中,使用乙酸乙酯(4.7)稀释混合,密封样品瓶并摇匀,然后在与测试样的相同条件下进行分离和测定。

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。将适当数量的校准化合物注入气相色谱仪中,记录色谱图。按式(1)分别计算相对校正因子:

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

式中:

- R_i ——被测化合物 i 的相对校正因子;
- m_{ci} ——校准混合物中被测化合物 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} ——被测化合物 i 的峰面积。

结果保留三位有效数字。

8.4 试样的测试

8.4.1 试样配制:称取约 2 g 的试样(准确至 0.1 mg)以及与被测物质量近似相同的内标物于样品瓶中,用适量乙酸乙酯(4.7)稀释试样,密封试样瓶并混匀。

8.4.2 按校准时的最优化条件设定仪器参数。

8.4.3 化合物含量测定:将 0.2 μ L 的试样注入气相色谱仪中,记录被测物的峰面积,然后用式(2)计算涂料中被测物的质量分数。

$$w_i = \frac{m_{is} \times A_i \times R_i}{m_s \times A_{is}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- w_i ——试样中苯、甲苯、乙苯和二甲苯的质量分数,以%表示;
- R_i ——被测化合物 i 的相对校正因子;
- m_{is} ——测试试样中内标物的质量,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 精密度

8.5.1 重复性

同一操作者两次测试结果的相对偏差小于 5%。

8.5.2 再现性

不同实验室间测试结果的相对偏差小于 10%。

9 水性涂料中苯、甲苯、乙苯和二甲苯含量的测定(B法)

所有试验进行二次平行测定。

9.1 色谱仪参数优化

按第 7 章中的色谱条件,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。

9.2 产品的定性分析

9.2.1 按 9.1 所示使仪器参数最优化。

9.2.2 被测化合物保留时间的测定:注入 1.0 μ L 含 4.6 所示被测化合物的标准溶液,记录各被测化合物的保留时间。

9.2.3 定性检验样品中的被测化合物:取约 1 g 左右的样品用稀释溶剂乙腈(4.7)稀释,取 1.0 μL 注入色谱仪中,确定是否存在被测物。

9.3 校准

9.3.1 称取一定量(精确至 0.1 mg)各种校准化合物于样品瓶中,称取的量与待测产品中各自的含量应相当。

称取与待测化合物相近数量的内标物(4.5)于同一样品瓶中,使用稀释溶剂乙腈(4.7)稀释混合,密封样品瓶并摇匀,然后在与测试试样的相同条件下进行分离和测定。

9.3.2 相对校正因子的测试:在与测试试样相同的色谱条件下按 9.1 的规定优化仪器参数。将适当数量的校准化合物注入气相色谱仪中,记录色谱图。按式(3)分别计算相对校正因子:

$$R_i = \frac{m_{ci} \times A_{is}}{m_{is} \times A_{ci}} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- R_i ——被测化合物 i 的相对校正因子;
- m_{ci} ——校准混合物中被测化合物 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} ——被测化合物 i 的峰面积。

相对偏差小于 5%,结果保留三位有效数字。

9.4 试样的测试

9.4.1 试样配制:称取约 1 g 的试样(称准至 0.1 mg)以及与被测物质量近似相同的内标物于样品瓶中,用适量稀释溶剂乙腈(4.7)稀释试样,密封试样瓶并混匀。

9.4.2 按校准时的最优化条件设定仪器参数。

9.4.3 化合物含量测定:将 1.0 μL 的水性涂料试样注入气相色谱仪中,记录被测物的峰面积,然后用式(4)计算涂料中被测物的质量分数。

$$w_i = \frac{m_{is} \times A_i \times R_i}{m_s \times A_{is}} \times 10^6 \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- w_i ——试样中苯、甲苯、乙苯和二甲苯的质量分数,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} ——测试试样中内标物的质量,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。

9.5 精密度

9.5.1 重复性

同一操作者两次测试结果的相对偏差小于 10%。

9.5.2 再现性

不同实验室间测试结果的相对偏差小于 20%。

10 试验报告

试验报告至少应包括以下内容:

- a) 注明本标准编号；
 - b) 完全识别受试产品所必需的全部细节(生产商、商标、批号等)；
 - c) 与规定的试验方法的任何不同之处；
 - d) 有关方之间商定的条款；
 - e) 试验日期。
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
涂料中苯、甲苯、乙苯和二甲苯含量的测定
气相色谱法

GB/T 23990—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 0.75 字数 10 千字

2009年9月第一版 2009年9月第一次印刷

*

书号: 155066·1-38580 定价 16.00 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 23990-2009

打印日期: 2009年10月10日