

基于气相色谱仪进行涂料中水分含量测定

于永庆

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江 温岭 317500)

摘要: 涂料样品经稀释溶剂稀释后, 加入合适的内标物, 经苯乙烯-二乙烯基苯乙烯多空聚合物的毛细柱分离, TCD 检测器检测, 采用多点内标法定量试样中水分的含量。

关键词: 气相色谱仪;涂料;水分含量

1 参考标准

《GB 18581-2020 木器涂料中有害物质限量》附录 A 水含量的测定 气相色谱法

《GB 18582-2020 建筑用墙面涂料中有害物质限量》附录 A 水含量的测定 气相色谱法

2 试剂和材料

2.1 试剂

2.1.1 水, 娃哈哈纯净水

2.1.2 异丙醇, 分析纯

2.1.3 N,N-二甲基甲酰胺, 分析纯

2.2 仪器设备

2.2.1 福立 GC9720Plus-TCD 气相色谱仪

2.2.2 FL1092T 自动进样器 (选配)

2.2.3 PoraBOND Q/25m*0.53mm*10um

2.2.4 分析天平, 感量 0.0001g。

3 溶液配制

3.1 内标标准溶液配制

分别取 6 个试样瓶, 按下表称取水 and 异丙醇质量, 再加入 5mlN,N-二甲基甲酰胺, 加盖摇匀, 待测。

	标样 1	标样 2	标样 3	标样 4	标样 5	标样 6
水质量, g	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6
异丙醇质量, g	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6

3.2 样品溶液配制

称取搅拌均匀后的试样约 0.6044g，再加入约 0.6022g 异丙醇（精准至 0.0001g），加入 5ml N,N-二甲基甲酰胺，超声 15min，放置 5min，离心取上层清液，待测。

4 测定

4.1 色谱条件

4.1.1 进样口 250°C

4.1.2 柱温：120°C保持 1min，以 40°C/min 升至 200°C，保持 4min。

4.1.3 检测器 210°C

4.1.4 恒流：6ml/min

4.1.5 分流比 15:1

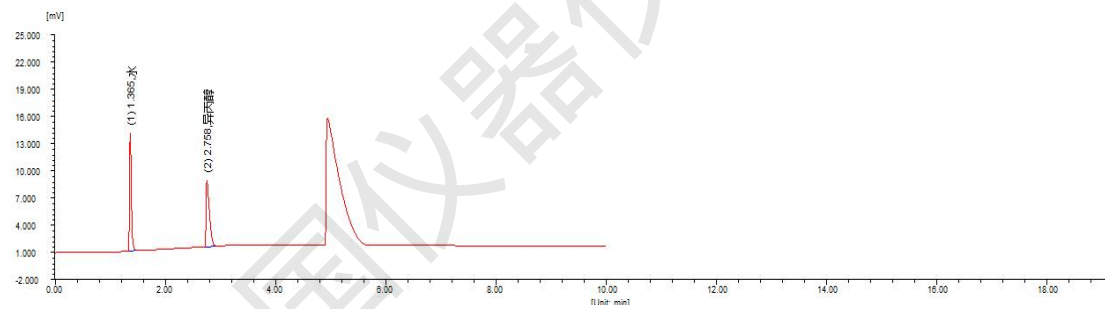
4.1.6 进样量 1ul

4.1.7 电流 100mA

4.1.8 载气，氢气

4.2 典型谱图

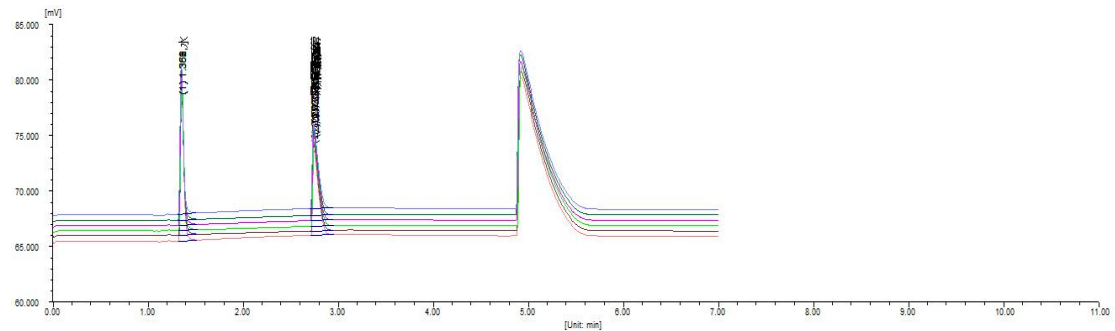
4.2.1 标样 4 典型色谱图



1、水 2、异丙醇（内标物）

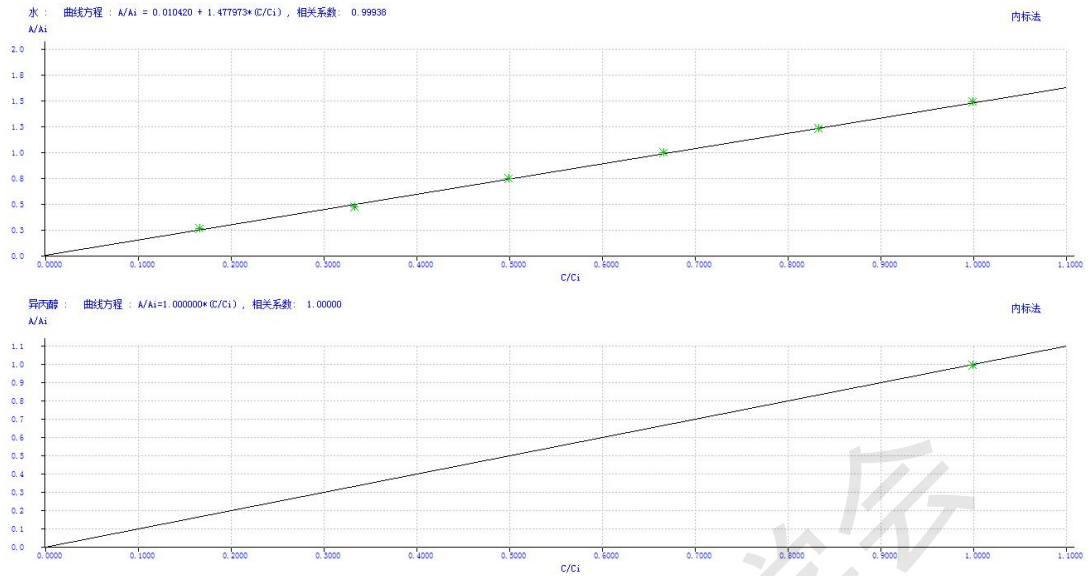
4.3 重复性实验

4.2.1 标样 4 重复性谱图



序号	组分名	平均时间[min]	时间RSD%	平均面积[μV...]	面积RSD%	平均峰高[μV]	峰高RSD%	平均含量[g]	含量RSD%	谱图数
1	水	1.359	0.196	32739.9	0.7352	13624.6	0.5995	0.6693	0.1010	6
2	异丙醇	2.750	0.111	32439.3	0.7335	7718.0	0.6327		0.0000	6

4.4 校正曲线

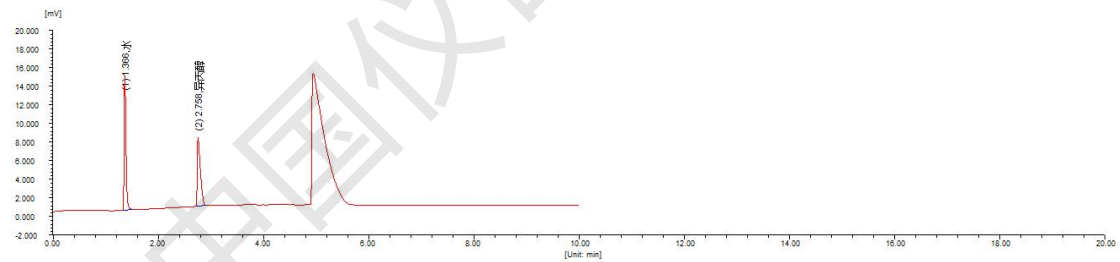


4.5 检出限

在取样量为 0.6g 时，本实验的检出限如下表所示：

组分	含量 [mg]	含量 [mg]	含量 [mg]	含量 [mg]	含量 [mg]	含量 [mg]	含量 [mg]	MDL [mg]	检出限 %	定量限 %
水	36.5297	37.9314	37.3259	37.8354	37.8704	37.2226	37.515	1.38	0.23	0.92%

样品谱图及测定结果：



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[uV]	峰面积[uV*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	水	1.360	0.038	14458.5	36274.9	53.8671	78.3007
2	异丙醇	2.754	0.064	7462.6	31066.6	46.1329	
总计:				21921.2	67341.5	100.0000	78.3007

峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[uV]	峰面积[uV*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	水	1.366	0.038	14526.2	36286.0	53.8713	78.3141
2	异丙醇	2.758	0.064	7501.6	31070.8	46.1287	
总计:				22027.9	67356.7	100.0000	78.3141

测定结果为：

两针含量分别为 78.3007%，78.3134%，两针平均含量为 78.3071%，相对偏差为 0.016%，小于 1.6%，符合国标要求。