

# 基于气相色谱仪进行涂料中苯系物含量的测定

金 迁

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

**摘要:** 涂料样品经稀释溶剂稀释后, 加入合适的内标物, 经 6%氰丙基苯基/94%聚二甲基硅氧烷毛细柱分离, FID 检测器检测, 采用多点内标法定量试样中苯系物的含量。

**关键词:** 气相色谱仪; 涂料; 苯系物

## 1 参考标准

《GB 18581-2020 木器涂料中有害物质限量》

《GB 18582-2020 建筑用墙面涂料中有害物质限量》

《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》

## 2 试剂和材料

### 2.1 试剂

2.1.1 5 种苯系物, 1000mg/L

2.1.2 异丁醇, 5000mg/L

2.1.3 乙腈, 色谱纯

### 2.2 仪器设备

2.2.1 福立 GC9720Plus-FID 气相色谱仪

2.2.2 FL1092T 自动进样器 (选配)

2.2.3 RB-624/60m\*0.25mm\*1.4um

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

取 5 个样品瓶, 分别各加入 250uL、100uL、50uL、20uL、10uL (2.1.1), 再分别各加入 20uL 内标溶液 (2.1.2), 再用乙腈定容至 1000uL, 配制成 5 种苯系物各组分质量分别为 250ug、100ug、50ug、20ug、10ug 和内标物质量为 100ug 的梯度标准溶液, 待测。

### 3.2 样品溶液配制

称取搅拌均匀后的试样约 1.0g, 再加入 20ul 内标液 (2.1.2), 加入 5ml 乙腈溶解, 摇

匀待测。

## 4 测定

### 4.1 色谱条件

4.1.1 进样口 250°C

4.1.2 柱温: 65°C保持 16min, 以 15°C/min 升至 130°C, 保持 5min, 再以 10°C/min 升至 200°C。

4.1.3 检测器 220°C

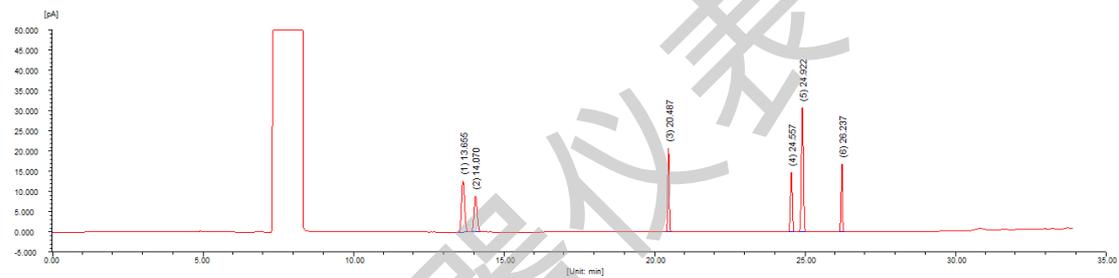
4.1.4 恒流: 1.5ml/min

4.1.5 分流比 10:1

4.1.6 进样量 1ul

### 4.2 典型谱图

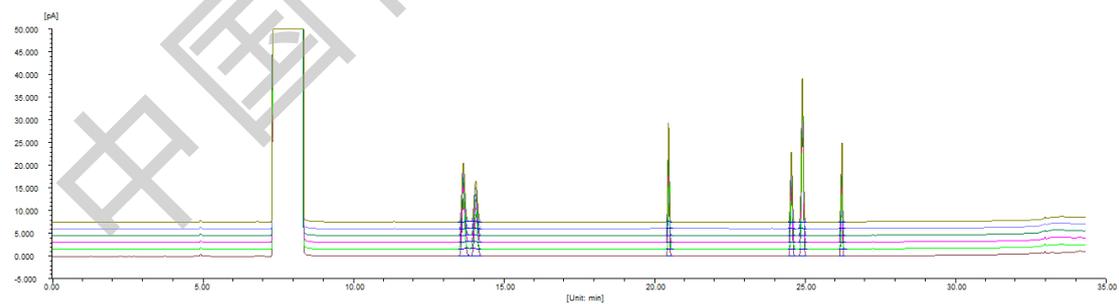
5 种苯系物 (50ug) 典型色谱图



1、异丁醇 2、苯 3、甲苯 4、乙苯 5、间对二甲苯 6、邻二甲苯

### 4.3 重复性实验

5 种苯系物 (50ug) 重复性实验

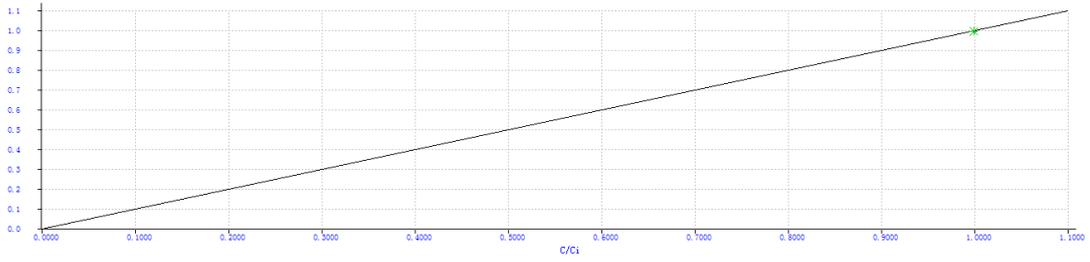


序号	组分名	平均时间[min]	时间RSD%	平均面积[fA*s]	面积RSD%	平均峰高[fA]	峰高RSD%	平均含量[%]	含量RSD%	谱图数
1	异丁醇	13.661	0.043	91461.9	0.7709	13039.7	0.9360	17.2852	0.1581	6
2	苯	14.072	0.042	70706.1	1.0630	9251.1	1.4686	13.3623	0.2863	6
3	甲苯	20.493	0.030	73412.7	0.9202	22017.7	1.0207	13.8740	0.1128	6
4	乙苯	24.560	0.021	68935.7	0.7867	15604.1	1.0585	13.0280	0.1012	6
5	间对二甲苯	24.924	0.022	149632.8	0.7831	32183.1	1.2514	28.2787	0.0531	6
6	邻二甲苯	26.238	0.016	74987.9	0.7000	17800.1	0.9607	14.1719	0.1345	6

### 4.4 校正曲线

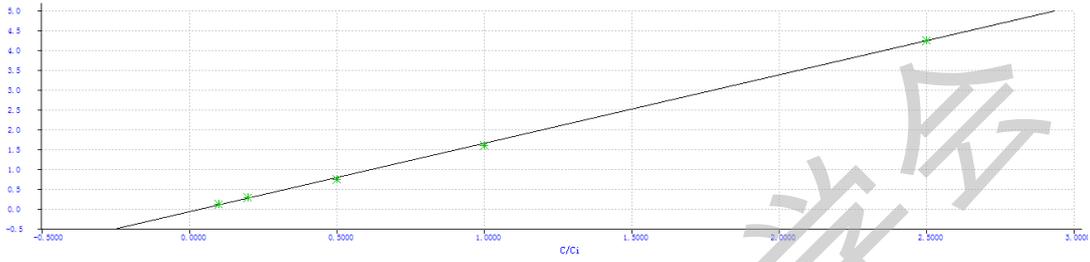
异丁醇 : 曲线方程 :  $A/A_i = 1.000000 * (C/C_i)$ , 相关系数 : 1.00000

内标法



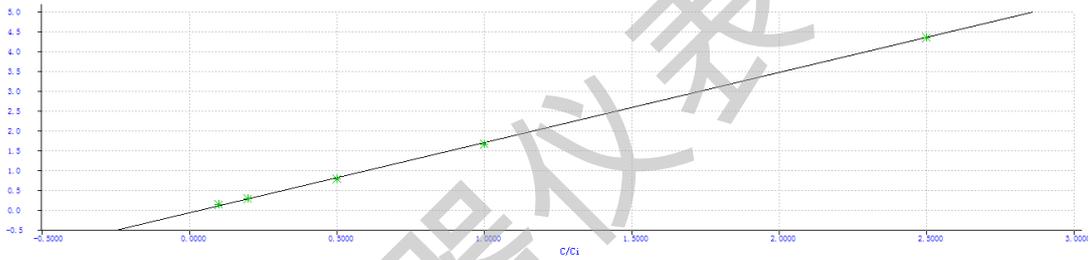
苯 : 曲线方程 :  $A/A_i = -0.085485 + 1.725030 * (C/C_i)$ , 相关系数 : 0.99961

内标法



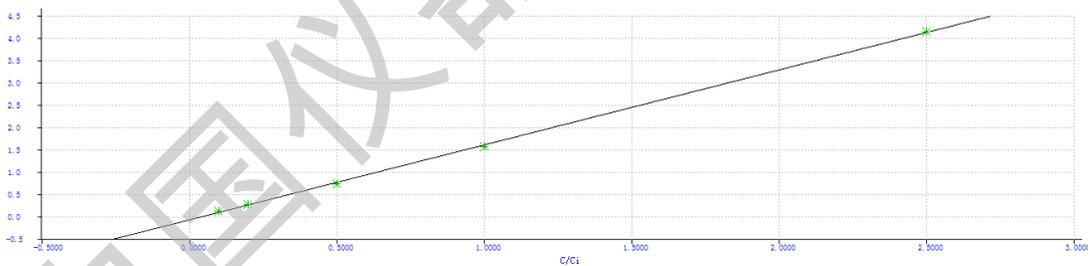
甲苯 : 曲线方程 :  $A/A_i = -0.061167 + 1.767047 * (C/C_i)$ , 相关系数 : 0.99974

内标法



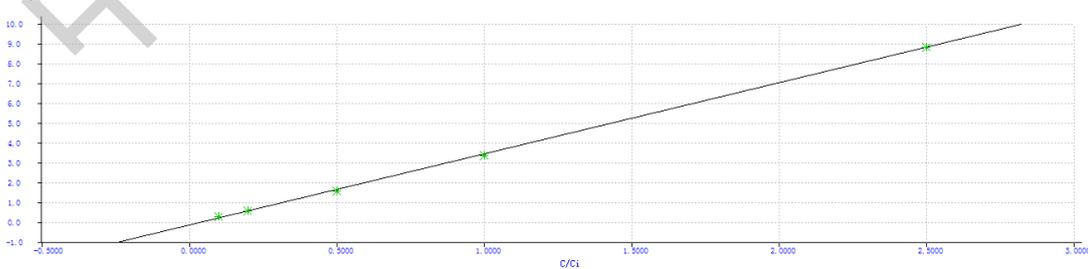
乙苯 : 曲线方程 :  $A/A_i = -0.084595 + 1.678011 * (C/C_i)$ , 相关系数 : 0.99963

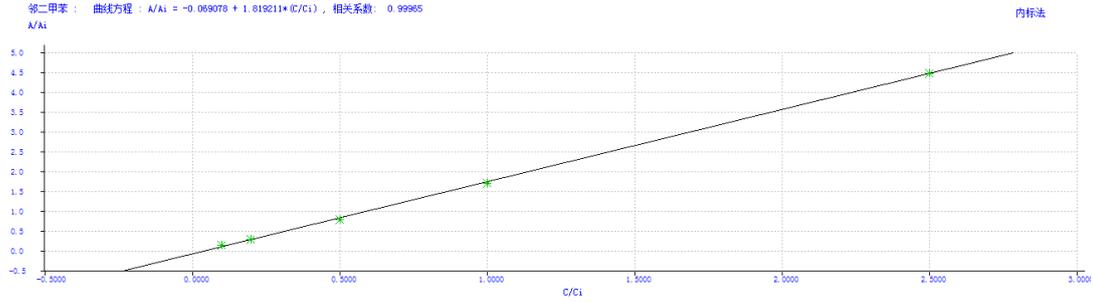
内标法



间对二甲苯 : 曲线方程 :  $A/A_i = -0.121263 + 3.584511 * (C/C_i)$ , 相关系数 : 0.99981

内标法



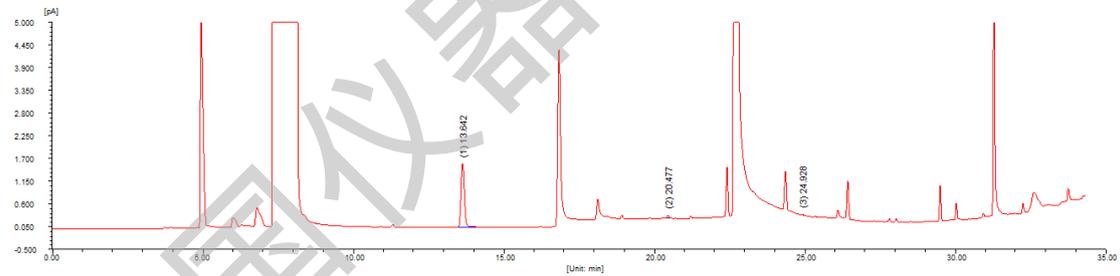


## 4.5 检出限

在取样量为 1g 是, 本方法的检出限、定量限如下表所示:

组分名	含量[ug]	MDL[ug]	检出限 [mg/kg]	定量限 [mg/kg]						
苯	12.026	11.892	11.9953	11.9818	12.0315	11.8826	11.9718	0.18	0.18	0.72
甲苯	11.8391	11.7851	11.8399	11.8487	11.8576	11.8389	11.8504	0.075	0.075	0.3
乙苯	12.124	12.1806	12.1353	12.1701	12.1264	12.164	12.1645	0.072	0.072	0.288
间对二甲苯	11.6002	11.6481	11.5984	11.6366	11.5984	11.6265	11.6222	0.063	0.063	0.252
邻二甲苯	12.0499	12.1275	12.0548	12.1039	12.0381	12.0751	12.0789	0.099	0.099	0.396

## 4.6 样品



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[mg/kg]
1	异丁醇	13.642	0.117	1551.2	12181.1	95.9886	
2	甲苯	20.477	0.067	89.5	389.8	3.0714	5.2180
3	间对二甲苯	24.928	0.081	27.1	119.3	0.9400	3.6186
总计:				1667.7	12690.1	100.0000	8.8366

峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[mg/kg]
1	异丁醇	13.668	0.125	1398.0	11567.8	96.3541	
2	甲苯	20.490	0.068	81.6	362.7	3.0214	5.1822
3	间对二甲苯	24.943	0.184	23.2	75.0	0.6245	3.5271
总计:				1502.8	12005.5	100.0000	8.7093

甲苯两针相对偏差为 0.69%, 间对二甲苯两针相对偏差为 2.56%, 苯系物总和的相对偏差为 1.45%, 两针苯系物总和平均值为 8.7730mg/kg, 小于 100mg/kg, 符合国标要求。