



气相色谱法测定涂料中 特定有害物质

----GB/T 23990-2009

前言

涂料，在中国传统名称为油漆。所谓涂料是涂覆在被保护或被装饰的物体表面，并能与被涂物形成牢固附着的连续薄膜，通常是以树脂、或油、或乳液为主，添加或不添加颜料、填料，添加相应助剂，用有机溶剂或水配制而成的粘稠液体。

涂料中的甲醛、苯系物等被人体吸入后，可发生神经中枢系统麻醉剂功效。能抑制人体造血机能，使红细胞、白血球低、血小板减少症，再造再障性贫血患率提高。还可造成 女性月经出现异常，胎宝宝的先天缺点等。

Abstract

本文介绍了使用SCION 456i 测定涂料中苯、甲苯、乙苯和二甲苯的方法。实验结果可靠且线性良好，仪器运行稳定，灵敏度高，符合《GB/T23990-2009涂料中苯、甲苯、乙苯和二甲苯的测定 气相色谱法》要求。

Author

何易尚
天美仪拓实验室设备（上海）有限公司
色谱市场部

本应用使用SCION 456i，建立了测定涂料中苯、甲苯、乙苯和二甲苯的方法。该方法灵敏度高，稳定性好，符合GB/T23990-2009标准的要求，可供用户参考。

实验部分

仪器配置

- SCION 8400自动进样器
- SCION 456i气相色谱仪（配备分流/不分流进样口）
- SCION Compass CDS 色谱工作站软件 (v. 4.0.0.225)。

试剂和样品

标准品：六种苯系物混标（表1）

表1. 六种苯系物混标CAS号和沸点

No.	化合物	CAS	沸点
1	苯	71-43-2	80.1℃
2	甲苯	108-88-3	110.6℃
3	乙苯	100-41-4	136.2℃
4	间二甲苯	108-38-3	139.1℃
5	对二甲苯	106-42-3	138.3℃
6	邻二甲苯	95-47-6	144.4℃



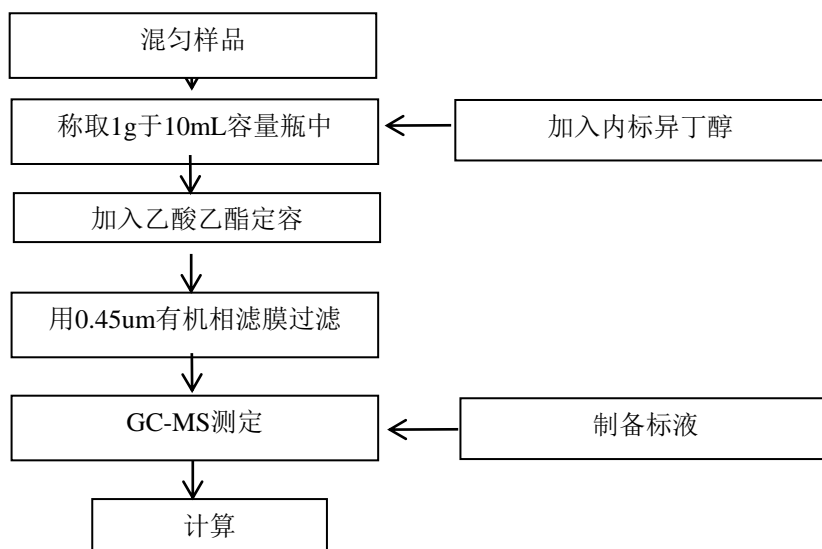
标准溶液配制：取6只50mL容量瓶，标记为1~6，分别称取0.05g的苯、甲苯、乙苯、间二甲苯、对二甲苯、邻二甲苯标准物质于容量瓶中，加乙酸乙酯溶解后定容至刻度，则苯、甲苯、乙苯、间二甲苯、对二甲苯、邻二甲苯储备液浓度分别为1000mg/L。取1只50mL容量瓶，标记为7，用移液管分别移取5mL的苯、甲苯、乙苯、间二甲苯、对二甲苯、邻二甲苯储备液于容量瓶中，乙酸乙酯定容至刻度，则此苯系物六混的中间液浓度为100mg/L。取5只25mL容量瓶，标记为01~05，用移液管分别移取一定量的苯系物六混的中间液于容量瓶中，乙酸乙酯定容至刻度，其具体配制情况如表2所示：

表2. 曲线配置情况表

标液	中间液浓度	定容体积	取用量	苯系物浓度
Std1	100mg/L	25mL	0.25mL	1mg/L
Std2	100mg/L	25mL	0.5mL	2mg/L
Std3	100mg/L	25mL	1.25mL	5mg/L
Std4	100mg/L	25mL	2.5mL	10mg/L
Std5	100mg/L	25mL	5mL	20mg/L

气相色谱条件

色谱柱 SCION-5MS(60m*0.32mm*1μm)
 进样口温度 240℃
 检测器温度 300℃
 载气 N₂
 载气流速 1 mL/min
 分流比 5:1
 升温程序 60℃，保持1min；以5℃/min的速率升至150℃保持1 min；以20℃/min的速率升至240℃，保持5 min。



实验结果

使用上述的仪器条件，可以确定各化合物保留时间如图1：

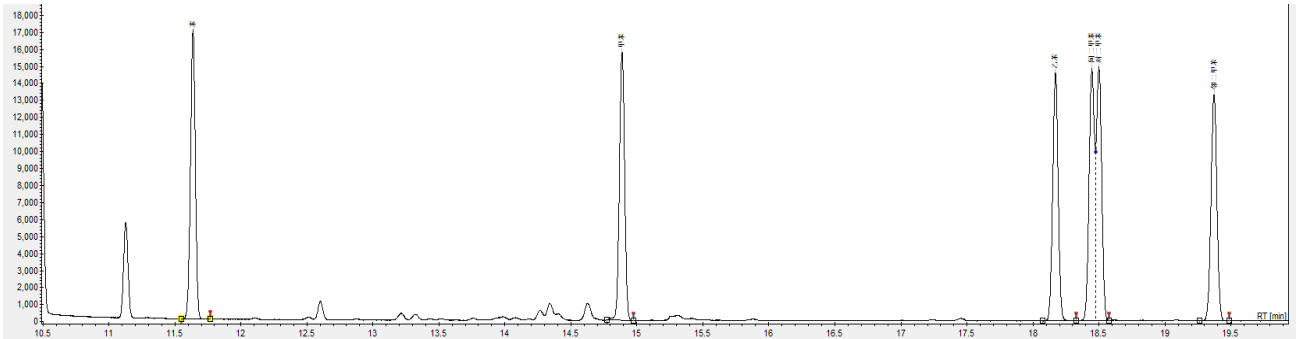


图1. 六种苯系物FID谱图

校准曲线

使用外标法进行校准定量，依次从低浓度到高浓度对标准系列管进行测定，以峰面积作图，外标工作曲线。结果如图2-图7所示，响应值和浓度呈良好的线性关系，所得到的相关系数均在0.999左右。

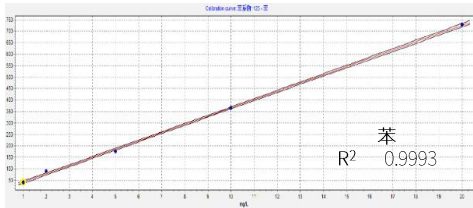


图2. 苯曲线

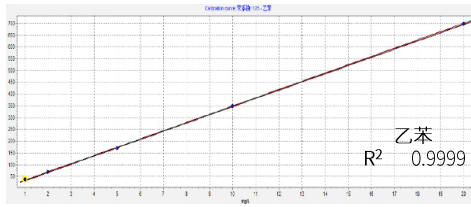


图4. 乙苯曲线

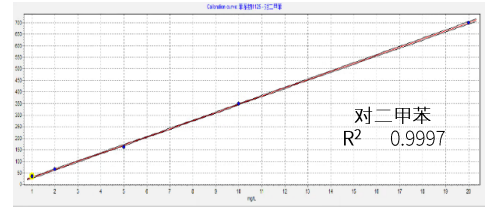


图6. 对二甲苯

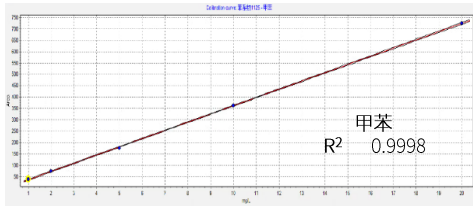


图3. 甲苯曲线

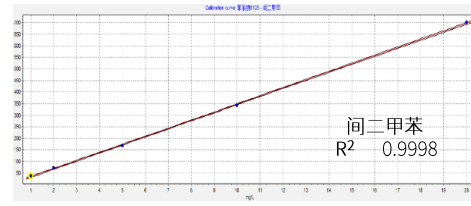


图5. 间二甲苯曲线

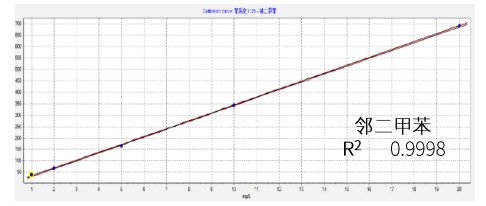


图7. 邻二甲苯

间、对-二甲苯由于无法通过SCION -5MS色谱柱彻底分离，而且定性定量离子相同，故一般情况下做合峰计算，本应用分开计算。

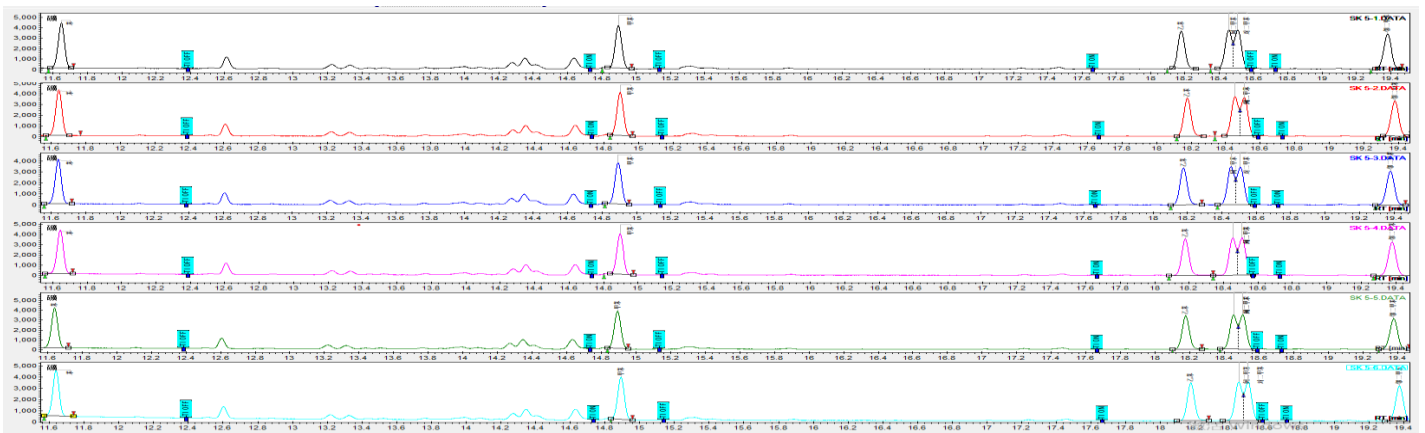


图8.六种苯系物加标量5mg/L的重复性结果

精密度

取低中高三个浓度等级，对加标量为1、5和20mg/L的样品重复测定6次，根据各化合物的响应值计算相对标准偏差。结果如表3所示，目标化合物的重复性良好，RSD值均小于5%。图8为加标量5mg/L的重复性结果。

表3. 六种苯系物的保留时间、精密度和回归系数

峰	保留时间 (min)	化合物	精密度 RSD(%)			回归系数 R ²
			1.0 mg/L	5.0mg/L	20.0 mg/L	
1	11.64	苯	2.14	2.43	1.55	0.9993
2	14.89	甲苯	1.85	2.79	1.70	0.9998
3	18.18	乙苯	1.88	2.56	1.81	0.9999
4	18.45	间二甲苯	1.81	2.93	2.00	0.9998
5	18.51	对二甲苯	1.36	2.49	2.13	0.9997
6	19.38	邻二甲苯	2.29	2.37	1.84	0.9998

实验结论

本应用介绍了使用SCION 456i 测定涂料中苯、甲苯、乙苯和二甲苯的方法。实验结果可靠且线性良好，仪器运行稳定，灵敏度高，符合《GB/T23990-2009涂料中苯、甲苯、乙苯和二甲苯的测定 气相色谱法》要求。

参考文献

[1] 《GB/T23990-2009涂料中苯、甲苯、乙苯和二甲苯的测定 气相色谱法》

赛里安产品解决方案



Compass CDS
数据软件



天美集团总部

香港新界葵涌永得利广场 1 座 2606
t 852 — 27519488
e techcomp@techcomp.com.hk

北京分公司

北京市朝阳区北苑路 58 号航空科技大厦 1 号楼 4 层
t 010 — 64010651
e TIL_CH@techcomp.cn

天美仪拓实验室设备 (上海) 有限公司

上海市松江新桥民益路 201 号 16 幢
t 021 — 67687200
e TIL_CH@techcomp.cn

广州分公司

广州市海珠区南边路 38 号保利 1918 产业园自编 20 号楼 A218
t 020 — 32644011
e TIL_CH@techcomp.cn

400-810-7898
www.techcomp.cn
www.techcomp.com.hk



天美集团官方网站



天美色谱微信

 **Techcomp 天美仪拓实验室设备(上海)有限公司**

Techcomp Instrument Ltd.