前 言

聚氨酯涂料中未反应的甲苯二异氰酸酯(TDI)单体含量是一项重要指标,此指标的测定对于保护环境和人身健康具有重要意义,因此建立其测定方法并控制其含量十分必要。

本标准等效采用美国材料试验学会标准 ASTM D 3432-1989《气相色谱法测定氨基甲酸酯预聚物和涂料溶液中未反应的甲苯二异氰酸酯(TDI)单体》。

本标准与 ASTM D 3432 的主要技术差别是:

- ——ASTM D 3432 中的色谱柱长度为 2 m, 本标准中可用 1 m 或 2 m;
- ——ASTM D 3432 中的固定液为 10%UC-W98 甲基乙烯基硅氧烷树脂,本标准中固定液为 10% UC-W982 甲基乙烯基硅氧烷树脂。

本标准由国家石油和化学工业局提出。

本标准由全国涂料和颜料标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:中国化工建设总公司常州涂料化工研究院。

本标准参加起草单位:上海市涂料研究所、上海华生化工厂、武汉双虎涂料股份有限公司、广州珠江 化工集团有限公司广州制漆厂。

本标准主要起草人:于滨、刘纪元、张卫群。

中华人民共和国国家标准

气相色谱法测定氨基甲酸酯预聚物 和涂料溶液中未反应的 甲苯二异氰酸酯(TDI)单体

GB/T 18446—2001

Standard test method for unreacted toluene diisocyanates in urethane prepolymers and coatings solution by gas chromatography

1 范围

本方法规定了气相色谱法测定氨基甲酸酯预聚物和涂料溶液中未反应的甲苯二异氰酸酯(TDI)单体含量的测定原理及试验方法。

本方法适用于气相色谱法测定氨基甲酸酯预聚物和涂料溶液中未反应的甲苯二异氰酸酯(TDI)单体含量,测量范围 0.1%~10%。

2 原理

试样经汽化后通过色谱柱,使被测的游离甲苯二异氰酸酯与其它组分分离,用氢火焰离子化检测器检测,采用内标法定量。

3 影响因素

- 3.1 为了防止试样分解,必须严格控制汽化温度和柱室温度。
- 3.2 由于树脂样品会在注射口留下不挥发残留物,所以建议使用玻璃衬套,并且玻璃衬套应每天清洗。
- 3.3 甲苯二异氰酸酯与水易反应,所以应在载气管路中使用合适的干燥载体。

4 仪器

- 4.1 色谱仪:配有氢火焰离子化检测器,能满足分析要求的色谱仪。
- 4.2 色谱柱:内径 3 mm,长 1 m 或 2 m¹,不锈钢。

固定相:固定液;甲基乙烯基硅氧烷树脂(UC-W9822])。

载体:Chromosorb W HP 180 μm~150 μm(80 目~100 目)。

- 4.3 进样器:微型注射器,10 世。
- 4.4 分析天平:准确至 0.1 mg。
- 4.5 实验室通用玻璃器皿,均应在烘箱中干燥除去水分,放置于装有无水硅胶的干燥器内冷却待用。

采用说明:

- 1] ASTM D 3432 中色谱柱长度为 2 m。
- 2] ASTM D 3432 中固定液为 10%UC-W98。