

ICS 87.040
G 50



中华人民共和国国家标准

GB/T 23992—2009

GB/T 23992—2009

涂料中氯代烃含量的测定 气相色谱法

Determination of chlorhydrocarbon content in coatings—
Gas chromatographic method

中华人民共和国
国家标准
涂料中氯代烃含量的测定
气相色谱法
GB/T 23992—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 0.5 字数 7 千字
2009年8月第一版 2009年8月第一次印刷

*
书号: 155066·1-38517 定价 14.00 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 23992-2009

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

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 色谱条件 1

色谱柱:(5%苯基)95%甲基聚硅氧烷毛细管柱,30 m×0.25 mm×0.25 μm;

进样口温度:250 °C;

柱温:程序升温:初始温度 40 °C 保持 15 min,再以 10 °C/min 升至 150 °C 保持 2 min,然后以 50 °C/min 升至 250 °C 保持 2 min;

检测器:ECD;检测器温度:300 °C;

载气流速:2.0 mL/min;

分流比:分流进样,分流比可调。

7.2 色谱条件 2

色谱柱:聚二甲基硅氧烷毛细管柱,30 m×0.25 mm×0.25 μm;

进样口温度:250 °C;

柱温:程序升温:初始温度 40 °C 保持 9 min,再以 20 °C/min 升至 150 °C 保持 5 min,然后以 50 °C/min 升至 250 °C 保持 2 min;

检测器:ECD;检测器温度:300 °C;

载气流速:1.0 mL/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具体配置、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 测试步骤

所有试验进行二次平行测定。

8.1 色谱仪参数优化

按第 7 章给出的参考色谱条件,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。

进样量和分流比应相匹配,以免超出色谱柱的容量,并在仪器检测器的线性范围内。

8.2 样品的定性分析

8.2.1 按 8.1 的规定使仪器参数最优化。

8.2.2 称取约 2 g 的样品于样品瓶(5.3)中,用适量的稀释溶剂(4.5)稀释样品,混合均匀后用进样器(5.2)将适量(水性涂料约 1.0 μL;溶剂型涂料约 0.2 μL)的试样注入色谱仪。优先选用的方法是气相色谱仪与质量选择检测器(5.1.3.2)或傅里叶变换红外光谱仪(5.1.3.3)联用。

8.3 校准

8.3.1 校准样品的配置:分别称取一定量(精确至 0.1 mg)在 8.2 中鉴定出的各种被测化合物的校准化合物于样品瓶(5.3)中,称取的质量与待测样品中所含的各种被测化合物的含量应在同一数量级,再称取与待测化合物同一数量级的内标物(4.3)于同一样品瓶中,用稀释溶剂(4.5)稀释混合物(其稀释浓度应在仪器检测器线性范围内,若超出应加大稀释倍数或逐级多次稀释),密封样品瓶并摇匀。

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,将适量的校准混合物注入气相色谱柱中,记录色谱图。

按式(1)计算每种被测化合物的相对校正因子 R_i :

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、昆山市世名科技开发有限公司。

本标准主要起草人:于滨、陈瑞芳、杜长森。