

GB/T 23993—2009

10 试验报告

试验报告至少应包括下列内容：

- a) 识别受试产品所必要的全部细节；
- b) 注明本标准编号(GB/T 23993—2009)；
- c) 如第 8 章表示的试验结果；
- d) 与规定试验方法的任何不同之处；
- e) 试验人员；
- f) 试验日期。

GB/T 23993—2009

ICS 87.040
G 50

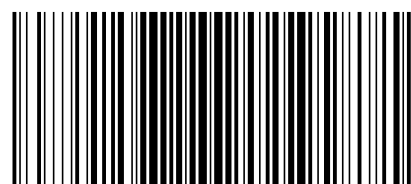


中华人民共和国国家标准

GB/T 23993—2009

水性涂料中甲醛含量的测定 乙酰丙酮分光光度法

Determination of formaldehyde content of waterborne coatings—
Spectrophotometric method with acetylacetone



GB/T 23993—2009

版权专有 侵权必究

*

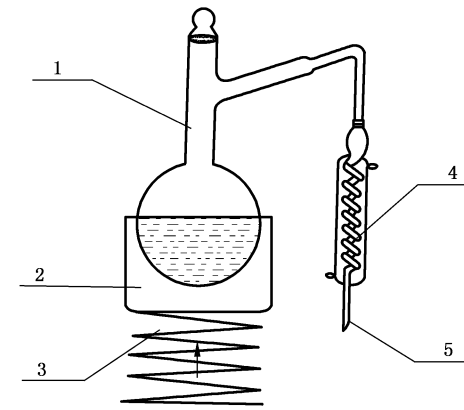
书号:155066·1-38582

定价: 14.00 元

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



- 1—蒸馏瓶；
- 2—加热装置；
- 3—升降台；
- 4—冷凝管；
- 5—连接馏分接受装置。

图 1 蒸馏装置示意图

在已定容的馏分接受器(5.2)中加入 2.5 mL 乙酰丙酮溶液(4.4),摇匀。在 60 ℃ 恒温水浴中加热 30 min,取出后冷却至室温,用 10 mm 比色皿(以水为参比)在紫外可见分光光度计(5.6)上于 412 nm 波长处测试吸光度。同时在相同条件下做空白样(水),测得空白样的吸光度。

将试样的吸光度减去空白样的吸光度,在标准工作曲线上查得相应的甲醛质量。

如果试验溶液中甲醛含量超过标准曲线最高点,需重新蒸馏试样,并适当稀释后再进行测试。

进行一式两份试样的平行测定。

8 结果表示

8.1 计算

用式(2)计算甲醛含量:

$$C = \frac{m}{W} f \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

C——甲醛含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

m——从标准工作曲线上查得的甲醛质量,单位为微克(μg);

W——样品质量,单位为克(g);

f——稀释因子。

计算两次测试结果的平均值,以平均值报出结果。当测定值小于 1 000 mg/kg 时,以整数报出结果;当测定值大于或等于 1 000 mg/kg 时,以三位有效数字乘以幂次方报出结果。

8.2 测试方法检出限:5 mg/kg。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下,当测试结果不大于 100 mg/kg 时,同一操作者两次测试结果的差值不大于 10 mg/kg;当测试结果大于 100 mg/kg 时,同一操作者两次测试结果的相对偏差不大于 5%。

9.2 再现性

当测试结果不大于 100 mg/kg 时,不同实验室间测试结果的差值不大于 20 mg/kg;当测试结果大于 100 mg/kg 时,不同实验室间测试结果的相对偏差不大于 10%。

中华人民共和国
国家标准
水性涂料中甲醛含量的测定
乙酰丙酮分光光度法
GB/T 23993—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 8 千字
2009 年 9 月第一版 2009 年 9 月第一次印刷
*
书号:155066·1-38582 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

甲醛标准溶液的标定:移取 20 mL 待标定的甲醛标准溶液(4.11)于碘量瓶中,准确加入 25 mL 碘溶液(4.5),再加入 10 mL 氢氧化钠溶液(4.6),摇匀,于暗处静置 15 min 后,加 11 mL 盐酸溶液(4.7),用硫代硫酸钠标准溶液(4.8)滴定至淡黄色,加 1 mL 淀粉溶液(4.9),继续滴定至蓝色刚刚消失为终点,记录所耗硫代硫酸钠标准溶液体积 V_2 (mL)。同时做空白样,记录所耗硫代硫酸钠标准溶液体积 V_1 (mL)。按式(1)计算甲醛标准溶液的浓度:

$$\rho(\text{HCHO}) = \frac{(V_1 - V_2) \times c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \times 15}{20} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$\rho(\text{HCHO})$ ——甲醛标准溶液的质量浓度,单位为克每升(g/L);

V_1 ——空白样滴定所耗的硫代硫酸钠标准溶液体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——甲醛溶液标定所耗硫代硫酸钠标准溶液体积,单位为毫升(mL);

$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

15——甲醛摩尔质量的 1/2;

20——标定时所移取的甲醛标准溶液体积,单位为毫升(mL)。

4.12 甲醛标准稀释液:10 $\mu\text{g}/\text{mL}$,移取 10 mL 标定过的甲醛标准溶液(4.11),置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

5 仪器和设备

5.1 蒸馏装置:100 mL 蒸馏瓶、蛇型冷凝管、馏分接受器;

5.2 具塞刻度管:50 mL(与 5.1 中馏分接受器为同一容器);

5.3 移液管:1 mL、5 mL、10 mL、20 mL、25 mL;

5.4 加热设备:电加热套、水浴锅;

5.5 天平:精度 1 mg;

5.6 紫外可见分光光度计。

6 取样

按照 GB/T 3186 规定取受试产品的代表性样品。

7 试验步骤

7.1 标准工作曲线的绘制

取数支具塞刻度管(5.2),分别移入 0.00 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、8.00 mL 甲醛标准稀释液(4.12),加水稀释至刻度,加入 2.5 mL 乙酰丙酮溶液(4.4),摇匀。在 60 $^{\circ}\text{C}$ 恒温水浴中加热 30 min,取出后冷却至室温,用 10 mm 比色皿(以水为参比)在紫外可见分光光度计(5.6)上于 412 nm 波长处测试吸光度。

以具塞刻度管中的甲醛质量(μg)为横坐标,相应的吸光度(A)为纵坐标,绘制标准工作曲线。标准工作曲线校正系数应 ≥ 0.995 ,否则应重新制作新的标准工作曲线。

7.2 甲醛含量的测试

称取搅拌均匀后的试样约 2 g(精确至 1 mg),置于 50 mL 的容量瓶中,加水摇匀,稀释至刻度。再用移液管移取 10 mL 容量瓶中的试样水溶液,置于已预先加入 10 mL 水的蒸馏瓶(5.1)中,并在蒸馏瓶中加入少量的沸石,在馏分接受器(5.2)中预先加入适量的水,浸没馏分出口,馏分接收器(5.2)的外部用冰水浴冷却,(蒸馏装置见图 1)。加热蒸馏,使试样蒸至近干,取下馏分接收器(5.2),用水稀释至刻度,待测。

若待测试样在水中不易分散,则直接称取搅拌均匀后的试样约 0.4 g(精确至 1 mg),置于已预先加入 20 mL 水的蒸馏瓶中,轻轻摇匀,再进行蒸馏过程操作。

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。

本标准主要起草人:彭菊芳、崔建法、季军宏。