

# 气相色谱法测定水性涂料中水分含量

GC-169

**摘要：**本文建立了气相色谱法测定水性涂料中水分含量的分析方法。涂料样品经无水甲醇稀释后，用气相色谱仪进行定性定量分析。水分在 10 ~ 100 mg/mL 浓度范围内线性良好，标准曲线的相关系数在 0.999 以上；对 20、50、70 mg/mL 水平的标准溶液重复进样 6 针，水分的保留时间、峰面积与内标峰面积比的相对标准偏差均小于 0.1% 和 5.0%，重复性良好；平行处理 6 份加标浓度为 0.1 g/g 的样品，水分加标回收率在 91.04% ~ 99.50% 之间，加标回收的相对标准偏差 RSD 值为 3.0%，回收及精密度良好。该方法操作简捷，为水性涂料中水分含量的分析提供很好的参考。

**关键词：**气相色谱法 水 涂料

随着人们对环境及健康的日益重视，环保型水性涂料越来越受到人们的青睐，水性涂料中的挥发性有机物 (VOC) 的含量也受到广泛的关注。目前，水性涂料中挥发性有机物含量测定方法不少，但主要采取测定方法是总挥发含量减去水分含量后，而计算得出的 VOC 含量。在 VOC 或 TVOC 含量测定的过程中涉及到涂料的固含量、密度以及水分含量三部分的测

定，涂料固含量及密度的测定偏差较小，而水分测定对于 VOC 含量测定结果影响最大，约有 70% 的偏差贡献，可见水分含量的测定对于 VOC 含量来说是很关键的。

本文依据标准 GB 24409-2020 附录 A，采用 GC-TCD 建立了水分含量的分析方法；本方法操作简单方便，可有效的监控涂料中水分的含量。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro, TCD 检测器

### 1.2 分析条件

气相色谱条件：

色谱柱：SH-Rt-Q-BOND, 30 m×0.53 mm×20 μm

进样口温度：200°C

载气流速：5 mL/min

升温程序：120°C (2 min) \_30°C /min\_230°C (3 min)

分流比：50:1

流量控制：恒线速度

TCD 条件：

TCD 温度：230°C

电流：80 mA

尾吹流量：10.0 ml/min

### 1.3 标准溶液的配制

取超纯水，以无水甲醇作为稀释溶剂，以无水异丙醇为内标。取 5 个 10 ml 的容量瓶，分别加 0.1、0.2、0.5、0.7、1 g 的水于各容量瓶，再各加入 100 μL 的异丙醇，定容至刻度，摇匀。各取 1 mL 于 1.5 mL 进样瓶中，上机分析。

### 1.4 样品前处理方法

精密称取供试品约 1 g (精确到 0.001 g) 至 10 ml 容量瓶，加入 100 μL 的异丙醇，用无水甲醇定容，涡旋震荡使其均匀，使用 0.45 μm 有机系滤膜过滤，上机分析。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准品色谱图

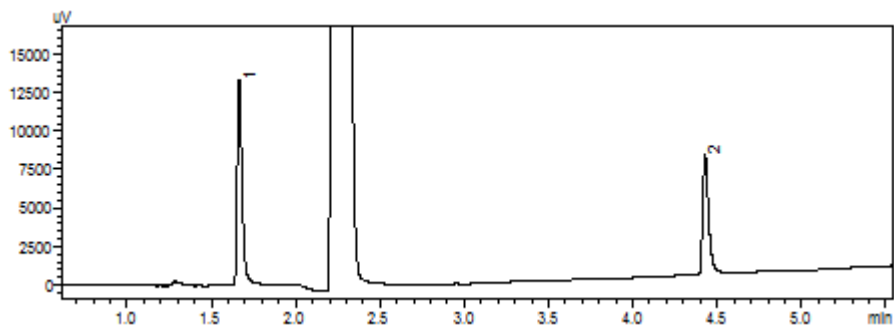


图1 水分及内标异丙醇标准品色谱图 (50 mg/mL)

表1 化合物的中英文名称、CAS 号和保留时间

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	水	water	7732-18-5	1.653
2	异丙醇	isopropyl alcohol	67-63-0	4.427

### 2.2 标准曲线

按照 1.3 配制成各浓度标准溶液，以浓度比为横坐标，峰面积比为纵坐标，绘制内标标准曲线，所得校准曲线线性关系良好，线性相关系数大于 0.999。曲线结果如图 2 所示，线性方程及相关系数见表 2。

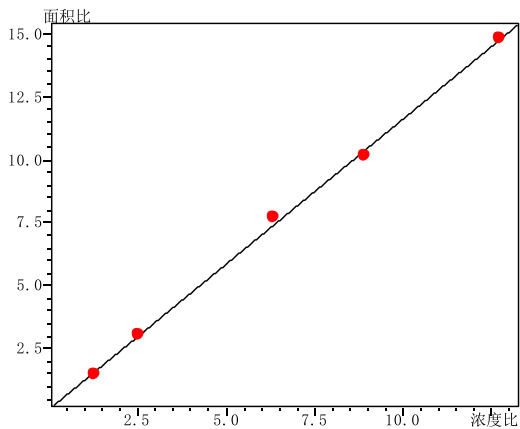


图2 标准曲线

表2 校准曲线相关系数 (r)、检出限 (LOD)、定量限 (LOQ)

序号	名称	相关系数 r	检测限 (mg/mL)	定量限 (mg/mL)
1	水	0.9994	3.91	13.05

### 2.3 重复性实验

按照 1.3 步骤配制 20、50、70 mg/ml 三个浓度标准溶液，连续进样 6 次，考察分析方法水分保留时间和峰面积与内标峰面积比的重复性，水分保留时间的 RSD 值小于 0.1% 和峰面积与内标峰面积比的 RSD 值小于 5.0%，方法重复性良好，仪器精密度良好。结果见表 3。

表 3 重复性测试结果 (n=6)

名称	RSD% (20 mg/mL)		RSD% (50 mg/mL)		RSD% (70 mg/mL)	
	R.T.	Area rate	R.T.	Area rate	R.T.	Area rate
水	0.031	3.95	0.091	9.28	0.246	3.99

#### 2.4 加标回 0 收实验

按照 1.4 步骤中制备样品和加标样品, 6 次平行加标回收实验结果如表 4 所示, 水分加标回收率在 91.04% ~ 99.50% 之间, 6 次平行加标回收的相对标准偏差 RSD 值为 3.0%。

表 4 加标回收实验结果

No.	称样量 (g)	内标量 (μL)	加标质量 (g)	加标样品中水分质量 (g)	样品中水分质量 (g)	加标回收率 (%)
平行 1	0.9988	100	0.1	0.5494	0.4499	99.50
平行 2	1.0021	100	0.1	0.5488	0.4514	97.43
平行 3	1.0101	100	0.1	0.5501	0.4550	95.14
平行 4	1.0099	100	0.1	0.5459	0.4549	91.04
平行 5	0.9991	100	0.1	0.5454	0.4500	95.38
平行 6	0.9854	100	0.1	0.5383	0.4438	94.40
平均值	-	-	-	0.5463	0.4508	95.48
RSD (%)	-	-	-	0.8021	0.9102	3.0

## ■ 结论

本文利用 GC-TCD, 建立了一种简便、快速、准确的测定水性涂料中水分含量的分析方法。该方法采用内标法定量, 在 10-100 mg/mL 的浓度范围内, 水分线性相关系数在 0.999 以上, 线性良好。对 20、50、70 mg/mL 水平的标准溶液重复进样 6 针, 水分的保留时间和峰面积与内标峰面积比的相对标准偏差 RSD 值小于 0.1% 和 5.0%, 重复性良好; 平行处理 6 份加标浓度为 0.1 g/g 的样品, 水分加标回收率在 91.04% ~ 99.50% 之间, 加标回收的相对标准偏差 RSD 值为 3.0%, 回收及精密度良好。该方法操作简捷, 为水性涂料中水分含量的分析提供很好的参考。

岛津应用云

