

# 气相色谱法测定车辆涂料中挥发性有机物的含量

GC-168

**摘要：**本文建立了气相色谱法分析车辆涂料中挥发性有机物含量的分析方法。涂料样品经稀释后，用气相色谱仪进行定量。该方法采用二乙二醇二甲醚作为标准样品，建立单点校准曲线，对车辆涂料中的挥发性有机物进行定量分析。平行制备 5 份样品，进行重复性实验，5 个平行样 VOCs 峰面积和含量的相对标准偏差分别为 5.4%，重复性良好。该方法简单快速，可有效的监控涂料车辆涂料中的挥发性有机物。

**关键词：**气相色谱法 挥发性有机物 涂料

涂料在生产过程中会用到各种各样的溶剂，涂料中的残留溶剂水平高于安全值时，就会对人体或环境产生危害，如甲醛、多环芳烃、二噁烷等具有较强的致畸、致癌、致突变等生物毒性，一些卤代烃和含氮氧化合物等也具有毒性。对涂料中残留溶剂的控制已越来越受到人们的关注。

为了控制 VOCs 的排放，国家出台了《车辆涂料中有害物质限量》等 7 项国家强制性涂料相关的标准，初步构建我国 VOCs 源头防控体系。从制定产品质量标准应综合考虑环境保护要求这个角度，开辟了大气

污染源头防控的路径，这 7 项标准将于 2020 年 12 月 1 日起正式实施。

新版《GB 24409-2020 车辆涂料中有害物质限量》关于 VOCs 限量值的设置，考虑到目前的环保要求越来越严格，以及技术的进步，各产品的 VOCs 限量值在原 GB24409 的基础上略有降低，并增加了辐射固化型和水性车辆涂料 VOCs 限量值。

本文依据标准 GB/T 23986-2009 建立了车辆涂料中 VOCs 的定量方法，该方法简便、快速，能够有效的监控车辆涂料中 VOCs 的含量。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津气相色谱仪：GC-2010 Pro

### 1.2 分析条件

GC 条件：

色谱柱：Rtx-Wax，30 m×0.25 mm×0.25 μm

进样口温度：230℃

载气流速：1 mL/min

升温程序：40℃ (4 min)\_10℃ /min\_100℃ (0 min) \_30℃ /min\_240℃ (15 min)

分流比：10:1

载气控制模式：恒线速度

FID 条件：

温度：250℃

氢气流量：40.0 mL/min

空气流量：400 mL/min

尾吹流量：30.0 mL/min

### 1.3 样品处理

取高纯试剂二乙二醇二甲醚，以甲醇作为稀释溶剂，配制成 100 μg/ml 的混合标准溶液，上机分析。

#### 1.4 样品前处理方法

精密称取样品约 1 g (精确到 0.001 g) 至 10 ml 容量瓶中, 用甲醇定容, 涡旋震荡使其混合均匀, 使用 0.45  $\mu\text{m}$  有机系滤膜过滤, 上机分析。

## ■ 结果与讨论

#### 2.1 标准品色谱图

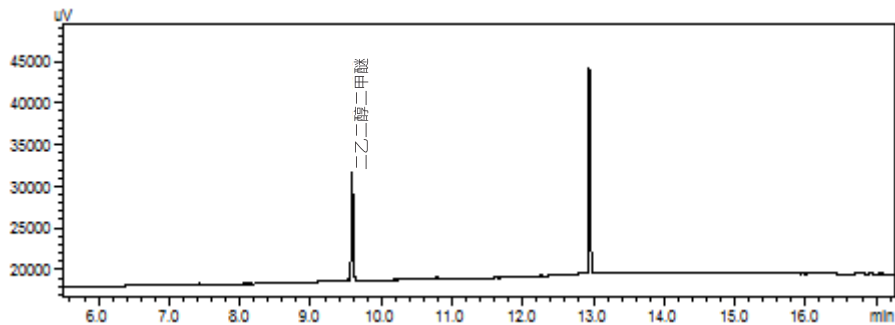


图 1 二乙二醇二甲醚色谱图 (100  $\mu\text{g/mL}$ )

#### 2.2 标准曲线

按照 1.3 配制浓度为 100  $\mu\text{g/mL}$  的标准溶液, 以二乙二醇二甲醚浓度为横坐标, 峰面积比为纵坐标, 绘制单点标准曲线, 标准曲线如图 2 所示。

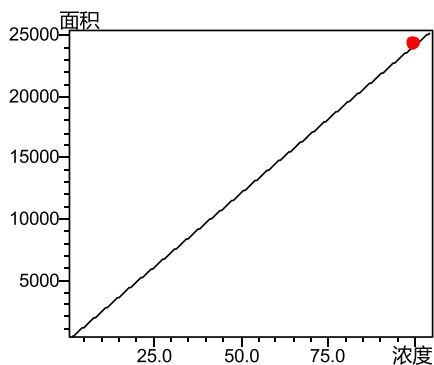


图 2 二乙二醇二甲醚标准曲线

表 1 卤代烃、乙二醇醚及酯类化合物校准曲方程、检出限 (LOD)、定量限 (LOQ)

序号	名称	校准曲线	检测限 ( $\mu\text{g/mL}$ )	定量限 ( $\mu\text{g/mL}$ )
1	二乙二醇二甲醚	$Y = 241.848X$	0.29	0.98

#### 2.3 重复性实验

按照 1.4 步骤取同一样品, 平行制备 5 份, 进行测试, 考察仪器的方法的重复性, 5 个平行样 VOCs 峰面积和含量的相对标准偏差分别为 5.4%, 重复性良好。

表 2 挥发性有机化合物 (VOCs) 含量的测定 色谱法实验结果

序号	乙二醇二甲醚峰面积	样品称样量 (g)	样品总峰面积	VOC 含量 (g/g)
1	24537	1.0213	290525	0.012
2	24226	1.0033	312969	0.013
3	24272	1.0025	337003	0.014
4	24925	1.0145	325077	0.013
5	22965	1.0211	311307	0.013
平均值	24185	-	315376	0.013
RSD (%)	3.0	-	5.4	5.4

## ■ 结论

依据标准 GB/T 23985-2009 和 GB/T 23986-2009, 采用 GC-FID 建立了简便、快速、准确的分析车辆涂料中 VOCs 含量的分析方法。该方法采用乙二醇二甲醚作为标准样品, 建立单点校准曲线, 对车辆涂料中的挥发性有机物进行定量分析。平行制备 5 份样品, 进行重复性实验, 5 个平行样 VOCs 峰面积和含量的相对标准偏差分别为 5.4%, 重复性良好。该方法操作简捷, 为 GB 24409-2020 中车辆涂料中 VOCs 含量的分析提供很好的参考。

岛津应用云

