

乙酰丙酮紫外光度法测定水性涂料中的甲醛含量

UV-057

摘要：本文采用乙酰丙酮紫外分光光度法对水性涂料中甲醛含量进行了测试。实验线性相关系数 $R^2=0.99886$ ，回收率 89.3%。结果表明，该方法简单方便、可准确测定水性涂料中的甲醛含量。

关键词：乙酰丙酮 紫外分光光度法 水性涂料 甲醛

甲醛是较高毒性的物质，在我国有毒化学品优先控制名单上甲醛高居第二位。甲醛已经被世界卫生组织确定为致癌和致畸物质，是公认的变态反应源，也是潜在的强致突变物之一。同时作为一种极强的杀菌剂和制造油漆，合成树脂等的原料，甲醛广泛的应用于工业生产中，由于在新居装修和家具制造中的使用，导致甲醛成为室内空气中的主要污染物。吸入高浓度甲醛后，会出现呼吸道的严重刺激和水肿、眼刺痛、头痛，也可发生支气管哮喘。皮肤直接接触甲醛，可引起皮炎、色斑、坏死。经常吸入少量甲醛，能引起慢性中毒。

GB 18582《室内装饰装修材料内墙涂料中有害物质限量》中规定，游离甲醛含量不得超过 100 mg/Kg，国家环境标志产品提出的技术要求：甲醛含量不得超过 10 mg/L。

本文参考 GB/T 23993-2009《水性涂料中甲醛含量的测定》，采用乙酰丙酮分光光度法，测定了水性涂料中的甲醛含量，结果显示，该方法操作方便，简单易行。

实验部分

1.1 实验原理

采用蒸馏的方法将样品中的甲醛蒸出。在 pH=6 的乙酸-乙酸铵缓冲溶液中，馏分中的甲醛与乙酰丙酮在加热的条件下反应生成稳定的黄色络合物，冷却后在波长 412 nm 处进行吸光度测试。根据标准工作曲线，计算试样中甲醛的含量。

1.2 仪器

UV-2600（岛津），10mm 石英比色皿，蒸馏装置，电加热套，水浴锅。

1.3 试剂

1.3.1 乙酸铵 冰乙酸 ($\rho=1.055$ g/mL); 乙酰丙酮 ($\rho=0.975$ g/mL)。

1.3.2 乙酰丙酮的乙酸铵溶液 [ρ (乙酰丙酮) = 0.25%]: 称取乙酸铵 25 g 溶于水后，加冰乙酸 3 mL 及乙酰丙酮 0.25 mL，再加水至 100 mL，调整 pH=6，混匀转入棕色瓶中于冰箱中保存可稳定一个月；

1.3.3 甲醛标准储备溶液：1000 mg/L。

1.3.4 甲醛标准使用溶液：取 1 mL 甲醛储备溶液用水定容至 100 mL，得到 10 mg/L 的标准使用溶液。此溶液临时用时配制。

测定步骤

2.1 标准曲线绘制

分别取甲醛标准使用液 0、0.50、1.00、2.00、5.00、8.00 mL 标准使用液纯水定容至 50mL 比色管中（分别相当于 0.00、5.00、10.00、20.00、50.00、80.00 μ g 的甲醛）。分别加乙酰丙酮的乙酸铵溶液 2.50 mL，摇匀，置于 60 $^{\circ}$ C 恒温水浴中加热 30 min，室温下放置 30 min，使冷却。以零点作为比色时的参比液。用 1 cm 比色皿于波长 412 nm 处测定吸光度。

2.2 样品前处理

准确称取样品 0.5106 g 置于已预先加入 20 mL 水的蒸馏瓶中。并在蒸馏瓶中加入少量沸石，在馏分接收器中预先加入适量水，浸没馏分出口。加热蒸馏，使试样蒸至近干，取下馏分接收器，将清洗蒸馏器的洗液也一并转移，定容至 100 mL，加乙酰丙酮的乙酸铵溶液 5.00 mL，摇匀，置于 60 $^{\circ}$ C 恒温水浴中加热 30 min，室温下放置 30 min，使冷却。以零点作为比色时的参比液。用 1 cm 比色皿于波长 412 nm 处测定吸光度。

2.3 标样的紫外扫描光谱图

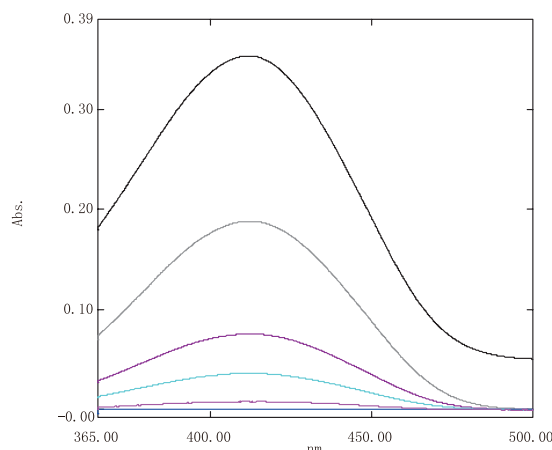


图1 标样光谱扫描图
(从下至上分别为0、5、10、20、50、80 μ g)

实验结果

3.1 标准曲线

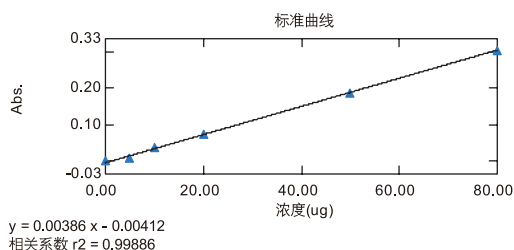


图2 甲醛标准曲线

由图1可以看到,在0~80 µg 范围内,线性关系良好,线性相关系数 $R^2=0.99886$ 。

3.2 样品测定结果

表1 样品测定结果

样品名称	称样量 (g)	定容体积 (mL)	测定值 (µg)	含量 (mg/Kg)
1#	0.51	100	4.26	8.35

3.3 加标回收实验

取 0.58 g 样品加 10 mg/L 的标液 4 mL, 按照样品前处理方式进行, 结果如表 2。

表2 加标回收率测试结果

样品名称	称样量 (g)	加标量 (µg)	测定值 (µg)	回收率 (%)
1#	0.58	40	40.57	89.3

3.4 方法检出限

在选定实验条件下对样品空白连续测定 10 次, 计算方法检出限为 0.10 µg。

结论

本文采用乙酰丙酮分光光度法对水性涂料中甲醛含量进行了测试。实验线性良好, 回收率高, 结果表明该方法简单方便、可快速测定涂料中甲醛含量。