

水性涂料中挥发性成分分析

1 前言

采用气相色谱-质谱联用仪对水性涂料中的挥发性成分进行定性分析；用 VF-624ms (30m×0.32mm×1.8um) 毛细管柱对各组分进行分离，质谱仪进行检测，通过 NIST 标准谱图库检索定性，共鉴定出 16 种组分。

2 实验部分

2.1 主要设备与试剂

GC-MS 3200 型气相色谱-质谱联用仪；

色谱柱：VF-624ms (30m×0.32mm×1.8um) 毛细管柱；

涡旋混合器，离心机，分析天平；

移液枪及其配套枪头，微量注射器等；

试剂：甲醇（色谱纯）。

2.2 样品处理

参考 GB18582-2008 标准方法进行样品处理：称取约 1g 样品于离心试管中，加入 10ml 甲醇，于涡旋混合器上涡旋混合 2min，多次涡旋混合后，放入离心机中离心 5min，取上部液体过滤后上 GC-MS 测定。

2.3 仪器条件

色谱条件：载气高纯氦气，柱前压：40KPa，分流进样，分流比：20:1，进样量：1 μ L，进样口：250 $^{\circ}$ C，吹扫流量：2mL/min，柱温：初始 40 $^{\circ}$ C，然后以 10 $^{\circ}$ C/min 速率升至 260 $^{\circ}$ C，保持 15min。

质谱条件：EI 源，离子源温度：200℃，电子能量：70eV，全扫描定性，扫描范围：33u~350u，溶剂延迟：1min，接口温度：250℃。

2.4 样品谱图

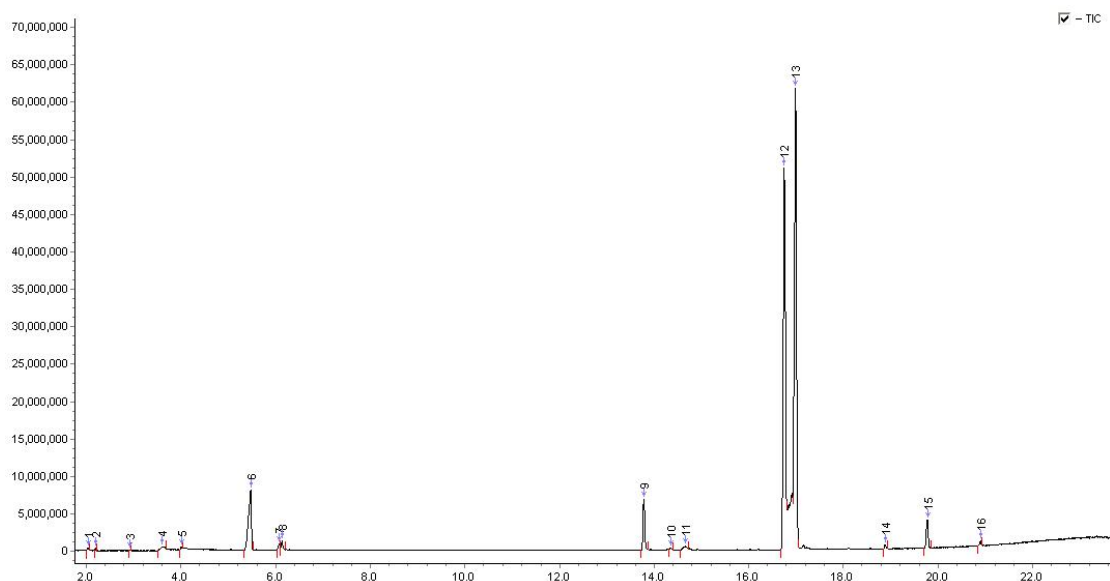
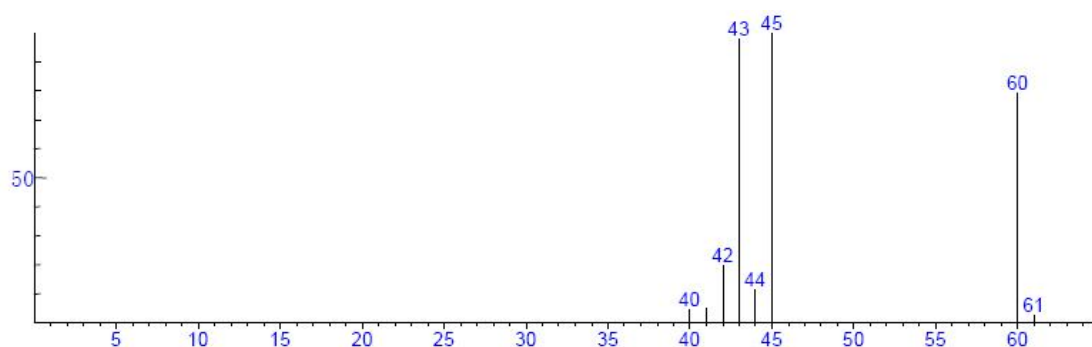


图1 水性涂料样品全扫描谱图

表1 水性涂料定性分析结果

序号	中文名称	保留时间 /min	英文名称	CAS 号	分子式
1	乙酸甲酯	2.03	Acetic acid, methyl ester	C ₃ H ₆ O ₂	79-20-9
2	叔丁醇	2.19	2-Propanol, 2-methyl-	C ₄ H ₁₀ O	75-65-0
3	2-丁酮	2.92	2-Butanone	C ₄ H ₈ O	78-93-3
4	乙酸	3.60	Acetic acid	C ₂ H ₄ O ₂	64-19-7
5	正丁醇	4.01	1-Butanol	C ₄ H ₁₀ O	71-36-3
6	乙二醇	5.47	1,2-Ethanediol	C ₂ H ₆ O ₂	107-21-1
7	异丁酸	6.07	Propanoic acid, 2-methyl-	C ₄ H ₈ O ₂	79-31-2
8	1,2-丙二醇	6.14	1,2-Propanediol	C ₃ H ₈ O ₂	4254-15-3
9	2,2,4-三甲基-1,3-戊二醇	13.78	1,3-Pentenediol, 2,2,4-trimethyl-	C ₈ H ₁₈ O ₂	144-19-4
10	甲基异噻唑啉酮	14.35	3(2H)-Isothiazolone, 2-methyl-	C ₄ H ₅ NOS	2682-20-4
11	N/A	14.67	1,2-Benzisothiazole	C ₇ H ₅ NS	272-16-2
12	1-羟基-2,4,4-三甲基戊-3-基)-2-甲基丙酸酯	16.75	Propanoic acid, 2-methyl-, 2,2-dimethyl-1-(2-hydroxy-1-methylethyl)propyl ester	C ₁₂ H ₂₄ O ₃	74367-33-2

13	3-羟基-2,4,4-三甲基戊基-2-甲基丙酸酯	16.99	Propanoic acid, 2-methyl-, 3-hydroxy-2,4,4-trimethylpentyl ester	C ₁₂ H ₂₄ O ₃	74367-34-3
14	2,4-二叔丁基苯酚	18.88	Phenol, 2,4-bis(1,1-dimethylethyl)-	C ₁₄ H ₂₂ O	96-76-4
15	N/A	19.78	Pentanoic acid, 2,2,4-trimethyl-3-carboxyisopropyl, isobutyl ester	C ₁₆ H ₃₀ O ₄	N/A
16	己二酸二异丁酯	20.90	Hexanedioic acid, bis(2-methylpropyl) ester	C ₁₄ H ₂₆ O ₄	141-04-8



Acetic acid
LibID:-1 分子式:C2H4O2 分子量:60 离子数量:30
SI%:93 CAS#:64197 NIST#:118201

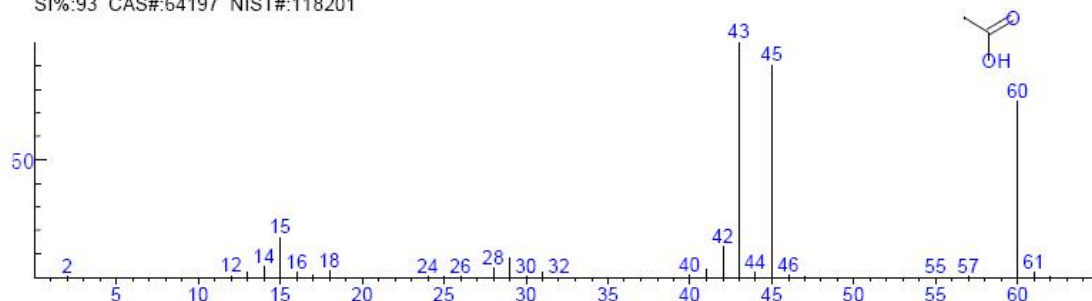


图2 4号峰乙酸质谱图及检索结果

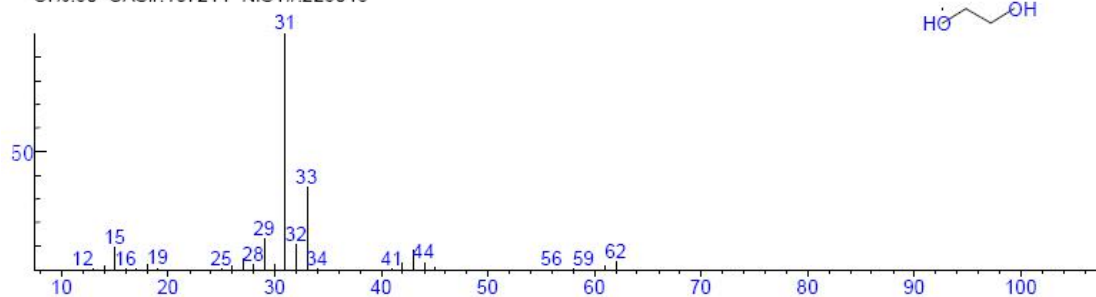
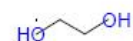
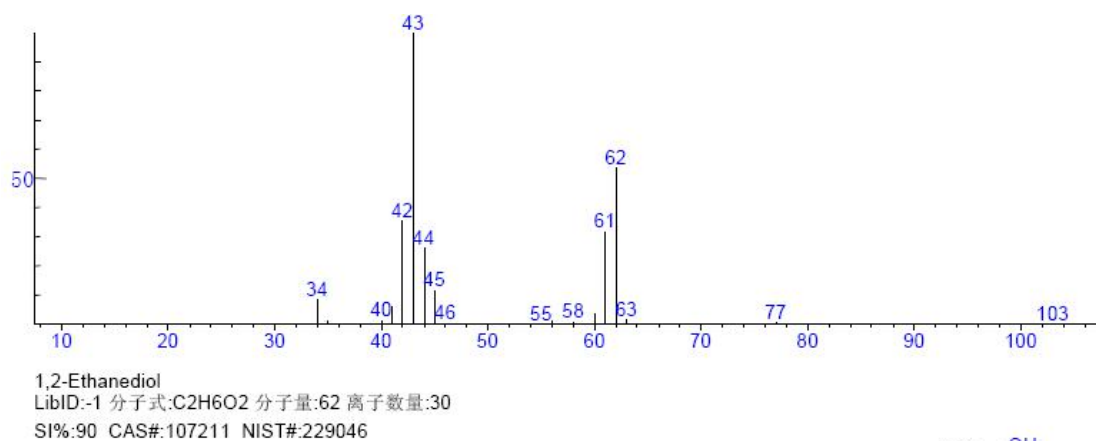


图3 6号峰乙二醇质谱图及检索结果

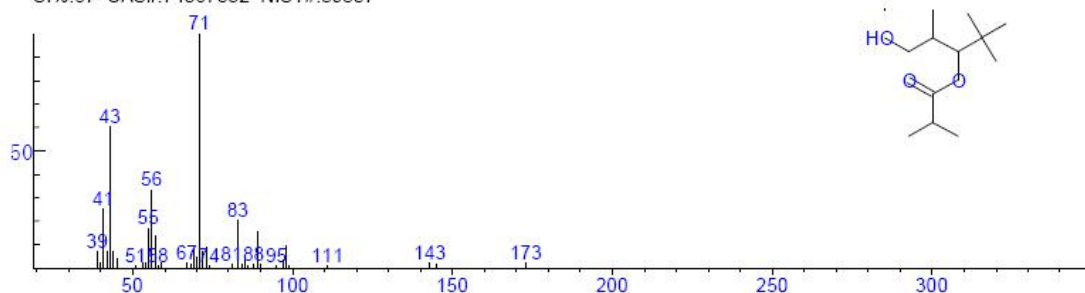
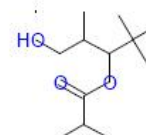
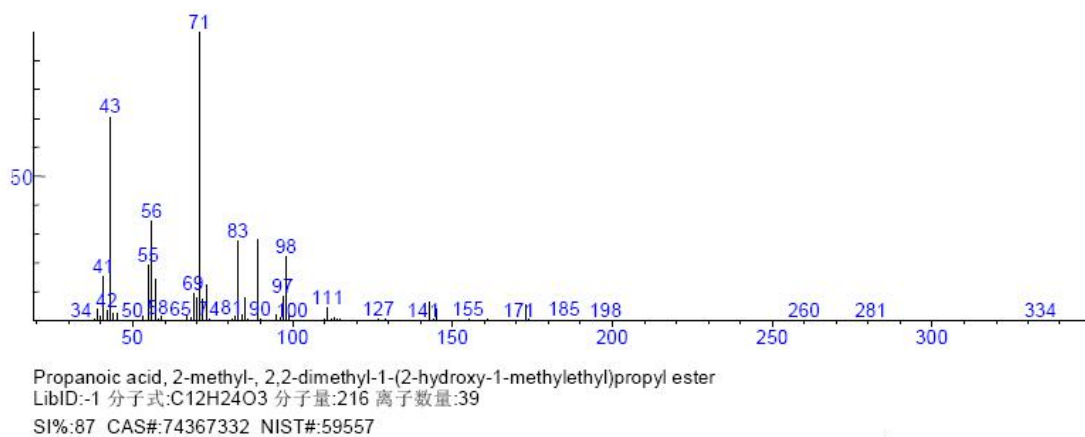


图4 12号峰质谱图及检索结果

3 结果与讨论

采用气相色谱-质谱联用仪对水性涂料中的挥发性成分进行定性分析，样品前处理过程简单；通过 NIST 标准谱图库检索定性，共鉴定出 16 种组分，主要是醇类、酸类、酮类、酯类物质，检索匹配度大于 80%，定性快速而准确。