

解决方案|涂料中水分含量测定

简介

装饰装修材料对人体健康有着巨大的影响。近年来随着人们对环保的不断重视，越来越多的环保材料不断占领市场。以内墙涂料为例，目前绝大多数内墙涂料均为低 VOC 的水性涂料。水性涂料是用水作为溶剂或者作分散介质的涂料，水分含量较高而有机物含量相对较少。目前，水性涂料中水分含量的测定方法主要有卡尔·费休法，共沸蒸馏法，气相色谱法等。

本文利用 GC-4000A (TCD 检测器) 气相色谱仪，参考《GB18582-2020 建筑用墙面涂料中有害物质限量 附录 A 水分的测定》测定涂料中水分含量，结果表明，操作简单，测试结果准确，能够满足国标要求。

实验部分

仪器及试剂

GC-4000A 气相色谱仪 (TCD 检测器)

蒸馏水：符合 GB/T6682-2008 中三级水要求；

稀释剂：N,N-二甲基甲酰胺

内标物：异丙醇

载气：氢气，纯度 99.999%

分析条件

仪器条件

仪器名称：	GC-4000A 气相色谱仪	柱子型号：	KB-PLOT Q
检测器：	TCD	柱子规格：	25m*0.53mm*10.00 μm

色谱条件

柱箱温度: 100°C (2min) , 20°C/min 至 130°C (3min) , 20°C/min 至 200°C (5min)			
柱前压:	0.03MPa	进样方式:	分流进样
气化室温度:	250°C	分流流量:	32mL/min
检测器温度:	300°C	尾吹气气流量:	30mL/min
尾吹气:	氢气	进样量:	1.0uL
桥温:	330°C	衰减:	2

样品处理

称取搅拌均匀后的试样 0.6g, 异丙醇约 0.6g 于 10mL 容量瓶中。再加入 5mLN,N-二甲基甲酰胺, 摇匀、密封。同时准备一个空白样。超声 15min, 放置 5min, 然后离心机离心, 取上清液, 备用。

实验结果

水的相对响应因子

在 10mL 容量瓶中称取 0.2006g 蒸馏水、0.2067g 内标物异丙醇, 再加入 5mLN,N-二甲基甲酰胺, 密封容量瓶并摇匀。取 1 uL 微量注射器移取 1.0uL 混合液注入色谱仪中, 记录色谱图。按下面公式计算水的相对响应因子 R:

$$R = \frac{m_i \times A_w}{m_w \times A_i}$$

式中:

R——水的相对响应因子;

m_i ——内标物的质量, 单位为克 (g) ;

A_w ——水的峰面积;

m_w ——水的质量, 单位为克 (g) ;

A_i ——内标物的峰面积。

样品测定

将处理过的样品，取 1 uL 上清液，注入色谱仪中，记录色谱图。按照下面公式进行计算：

$$W_w = \frac{m_i \times (A_w - A_0)}{m_s \times A_i \times R} \times 100$$

式中：

W_w -试样中的水分含量，以质量分数计

m_i -内标物的质量，单位为克 (g)

A_w -试样中水的峰面积

A_0 -空白样中水的峰面积

M_s -试样的质量，单位为克 (g)

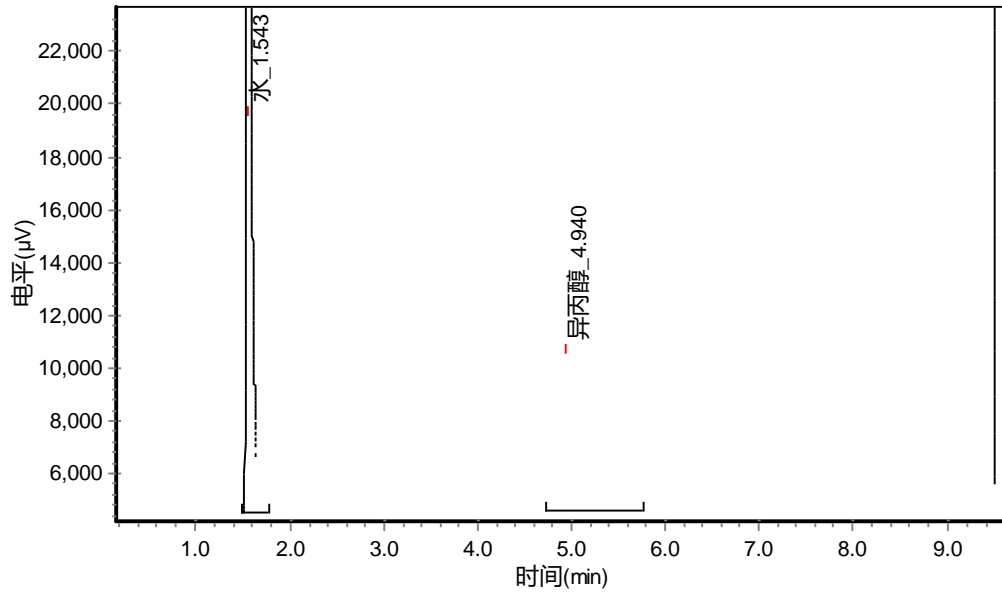
A_i -内标物的峰面积

R -水的相对响应因子

检测结果

平行一：

涂料中的水-1

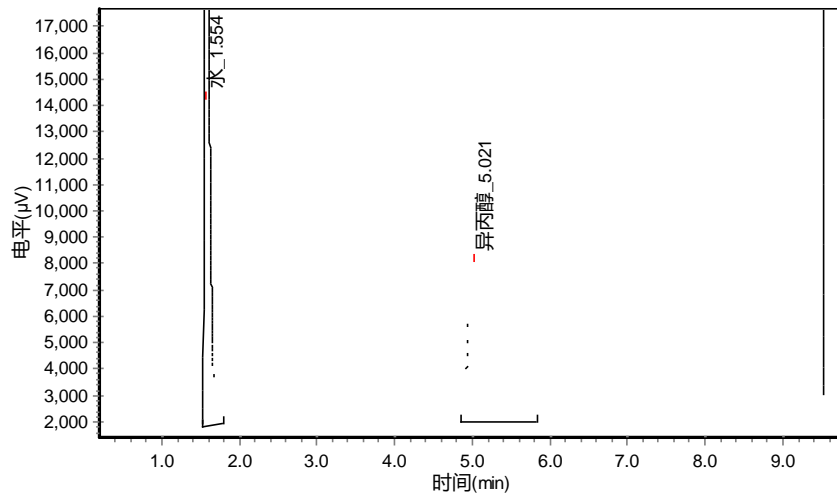


分析结果:

序号	组分名	保留时间	峰面积	峰高
1	水	1.543	198541	64189
2	异丙醇	4.940	134131	5941

平行二:

涂料中的水-2



分析结果:

序号	组分名	保留时间	峰面积	峰高
1	水	1.554	211112	66333
2	异丙醇	5.021	140991	6118

根据公式 (1) 计算水的相对响应因子:

	水的相对响应因子计算	平均值	相对偏差
平行一	$R = (0.2067 \times 198541) \div (0.2006 \times 134131)$ $= 1.5252$	1.5340	0.57%
平行二	$R = (0.2067 \times 211112) \div (0.2006 \times 140991)$ $= 1.5428$		

符合国标 GB 18582-2020 中相对偏差小于 1.6% 的要求。

总结

本文探讨了气相色谱法测定涂料中水分的分析方法并进行了测试, 该方法的准确度、重复性均符合 GB 18582-2020 中的新标准要求 (平行测试两次, 取两次测试结果的平均值, 其中要求水分的相对响应因子相对偏差小于 1.6%, 样品测定相对偏差小于 5%), 可满足用户的需求。