

涂料中 VOC 检验检测作业指导规范

邹晓通

(常熟市检验检测中心, 常熟 215500)

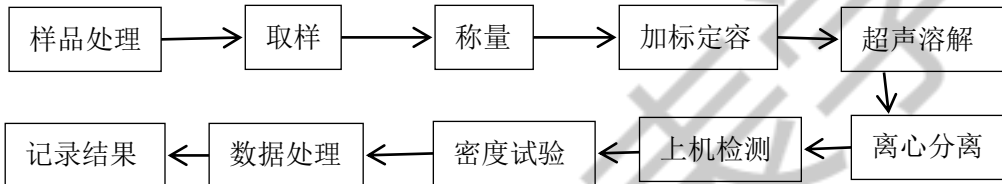
1 参考依据

GB 18582-2020 建筑用墙面涂料中有害物质限量

2 指导背景

涂料 VOC 项目检验检测步骤繁多, 操作复杂, 涉及到 2 台气相色谱仪的使用, 因此, 需要统一一般的试验过程, 达到准确且省时的目的。

3 步骤缩略图



4 步骤叙述

- ①打开涂料包装桶, 用搅拌器将涂料搅拌均匀, 用一次性纸杯盛取大半杯样品备用。
- ②样品称取约 1g 搅拌后的均匀涂料于 15mL 离心管, 加入约 0.1g 异丁醇, 再加入 10mL 甲醇, 摇匀。另取约 0.6g 于另一 15mL 离心管中, 加入约 0.2g 异丙醇, 再加入 5mL 二甲基甲酰胺, 摇匀。另取 VOC 和蒸馏水标准物质混匀于 15mL 离心管中, 与样品同处理。
- ③将离心管放置在超声设备中, 超声溶解 10min, 再进行离心分离, 后取上清液上机检测。
- ④在 23℃ 恒温室, 使用比重瓶测量纸杯中涂料的密度。
- ⑤汇总各项检测数据, 进行计算。

5 主要设备试剂及条件

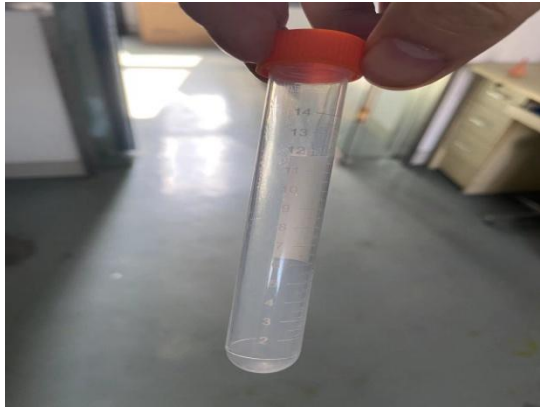
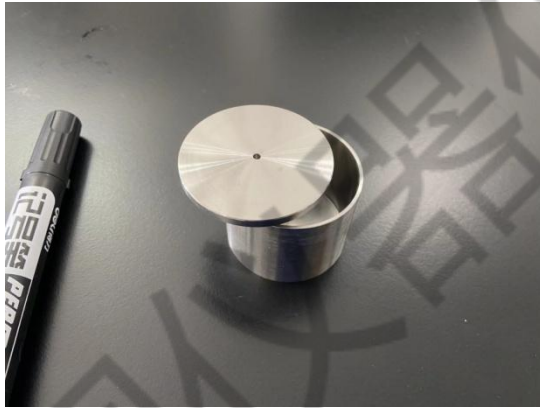
VOC 表

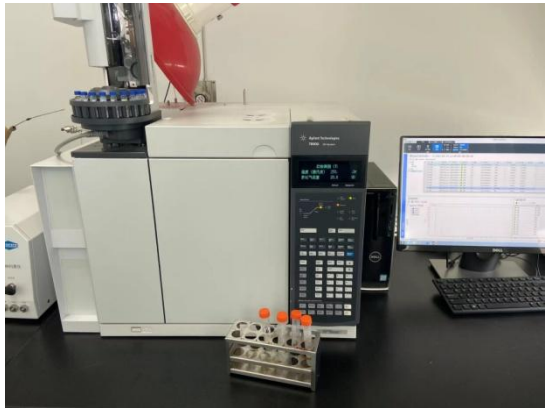
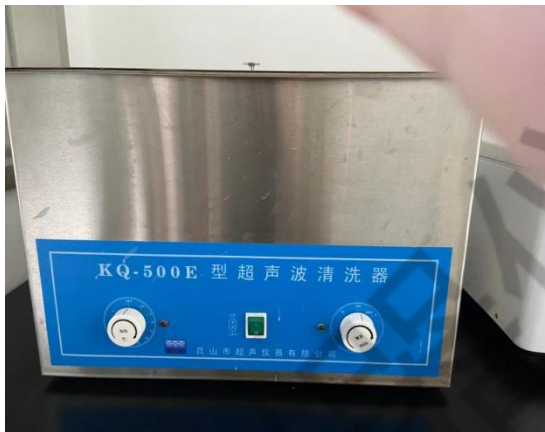
序号	化合物名称	保留时间	校正因子	备注
1	甲醇	6.75	0	溶剂

2	乙醇	7.6	1.591	
3	异丙醇	8.36	1.495	
4	正丙醇	9.91	1.211	
5	正己烷	11.37	0.88	
6	异丁醇	12.26	0	内标物
7	乙二醇甲醚	12.58	2.249	
8	乙二醇二甲醚	13.36	2.083	
9	正丁醇	13.67	1.064	
10	苯	14.04	0.72	
11	乙二醇	14.78	2.498	
12	乙二醇乙醚	15.82	1.695	
13	N,N-二甲基乙醇胺 DMEA	16.44	1.545	
14	1,2-丙二醇	16.7	1.842	
15	2-氨基-2-甲基-1-丙 醇	17.57	1.546	
16	甲苯	18.63	0.71	
17	乙二醇二乙醚	19.46	1.525	
18	乙酸丁酯	20.15	1.284	
19	1,3-丙二醇	20.63	1.832	
20	乙二醇甲醚醋酸酯	21.02	2.108	
21	乙苯	22.78	0.697	
22	间对二甲苯	23.11	0.69	
23	环己醇	23.57	0.944	
24	乙二醇乙醚醋酸酯	23.85	1.801	
25	邻二甲苯	24.17	0.695	
26	二乙二醇二甲醚	25.59	1.934	
27	二乙二醇	26.21	2.317	
28	2,2,4,-三甲基-1,3-戊	31.41	0.979	

二醇				
29	二乙二醇乙醚醋酸酯	331.64	1.738	
30	二乙二醇丁醚	32.03	1.314	
31	三乙二醇二甲醚	32.59	1.854	
32	二乙二醇丁醚醋酸酯	34.96	1.421	
33	己二酸二乙酯	35.36	0	分界物

设备表

名称及图示	主要条件
离心管 	容积为 15.0mL
密度计 	容积为 50.0mL
岛津气相色谱仪（测 VOC） 	仪器条件： 色谱柱：DB-5 60m×0.32mm×1.00μm 进样口温度：240℃ FID 检测器温度：260℃ 分流比：1：50 柱流速：1.0mL/min

	50℃ (5min) $\xrightarrow{5^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 升温程序: 150℃ (0min) $\xrightarrow{15^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 250℃ (10min)
安捷伦气相色谱仪 (测水分) 	仪器条件: 色谱柱: HP-PLOT Q 30m×530μm×40μm 进样口温度: 200℃ TCD 检测器温度: 250℃ 分流比: 5 : 1 柱流速: 5mL/min 升温程序: 100℃ (2min) $\xrightarrow{20^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 220℃ (12min)
超声清洗器 	/
离心机 	离心速度 8000r/min, 时间 5min
搅拌器	转速 200r/min



6 计算公式

$$\rho = \frac{\omega_{\text{总}} \times \rho_s \times 1000}{(1 - \rho_s \times \frac{\omega_{\text{水}}}{0.997537})}$$

式中:

ρ : 试样中的 VOC 含量 (g/L);

$\omega_{\text{总}}$: 测试试样中被测化合物的质量分数之和 (g/g);

ρ_s : 试样的密度 (g/mL);

0.997537: 23℃纯水的密度 (g/mL);

$\omega_{\text{水}}$: 测试试样中水的质量分数 (g/g)。

7 质量要点分析

①大桶涂料要使用搅拌器搅拌均匀,小桶涂料使用金属棒手工搅拌均匀,特别是含有溶剂的涂料,各种溶剂会在涂料表层漂浮,必须将其搅拌至涂料中。

②搅拌后取样要及时迅速,双人搭配,一人称量一人记录,防止 VOC 挥发及水分损失。

③使用密度计要小心装填时候密度计内部可能存在的气泡(无法直接目视),导致结果偏低,采用压实的方式使涂料充满密度计杯。

④一周制作一次标准曲线,由于涂料有一定粘性和污染性,进样针及时清洗更换。

⑤现有条件下确认 30 种 VOC 使用校正因子准确计算,在分界物之前的未知化合物使用 1 为校正因子进行模糊计算。