

# 基于气相色谱仪进行涂料中游离二异氰酸酯的测定

罗丹, 廖晓凤

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

**摘要:** 取适量样品及与待测化合物相近质量的内标物到同一样品瓶中, 用适量的稀释溶剂稀释样品, 密封样品瓶, 并摇匀, 用火焰离子化检测器 (FID) 检测, 根据色谱峰的保留时间定性, 内标法定量。

**关键词:** 气相色谱仪; 涂料; 游离二异氰酸酯

## 1 参考标准

《木器涂料中有害物质限量》(GB 18581-2020)

《色漆和清漆用漆基 异氰酸酯树脂中二异氰酸酯单体的测定》(GB/T 18446-2009)

## 2 试剂和材料

### 2.1 试剂

2.1.1 3 种异氰酸酯混标, 100mg/L

2.1.2 乙酸乙酯, 色谱纯

2.1.3 内标物: 十四烷, 纯度已知

### 2.2 仪器设备

2.2.1 福立 GC9720Plus-FID 气相色谱仪

2.2.2 FL1090B 自动进样器 (选配)

2.2.3 RB-1701/30m\*0.32mm\*0.5um

## 3 溶液配制

### 3.1 标准溶液配制

3.1.1 内标物标准使用液 (10000 $\mu$ g/mL): 准确量取十四烷 10 $\mu$ l 于样品瓶, 加入 990 $\mu$ l 乙酸乙酯摇匀, 待用。

3.1.2 内标物标准使用液 (1000 $\mu$ g/mL): 准确量取上述内标物标准使用液 (3.1.1) 100 $\mu$ l 于样品瓶, 加入 900 $\mu$ l 乙酸乙酯摇匀, 待用。

3.1.3 标准溶液 (40 $\mu$ g+内标 40 $\mu$ g): 准确移取 3 种异氰酸酯混标 400 $\mu$ l, 内标物标准使用液 (3.1.2) 40 $\mu$ l, 加入 560 $\mu$ l 乙酸乙酯, 摇匀, 待测。

## 3.2 样品溶液配制

称取 0.2g 涂料于烧杯中，准确量取 140 $\mu$ l 内标物标准使用液（3.1.1），加入约 35ml 乙酸乙酯（2.1.2），用玻璃棒充分搅拌使样品溶解，取上清液待测。

## 4 测定

### 4.1 色谱条件

4.1.1 进样口：160 $^{\circ}$ C

4.1.2 柱温：220 $^{\circ}$ C保持 15min。

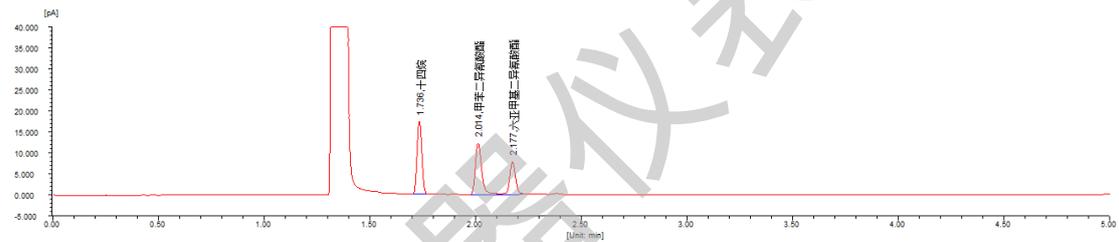
4.1.3 检测器：260 $^{\circ}$ C

4.1.4 恒流：2.0ml/min

4.1.5 分流比：10:1

4.1.6 进样量：1 $\mu$ l

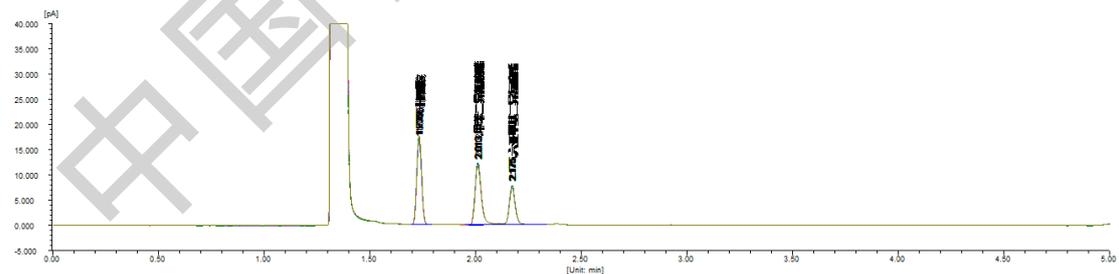
### 4.2 典型谱图



1-十四烷（内标物） 2-甲苯二异氰酸酯 3-六亚甲基二异氰酸酯

图 1 二异氰酸酯 40 $\mu$ g+内标 40 $\mu$ g 典型谱图

### 4.3 重复性实验



序号	组分名	平均时间[min]	时间RSD%	平均面积[fA*s]	面积RSD%	平均峰高[fA]	峰高RSD%	平均含量[ug]	含量RSD%	谱图数
1	十四烷	1.735	0.046	27569.5	1.9367	16911.7	2.8920	0.0000	7	
2	甲苯二异氰酸酯	2.013	0.030	25618.7	1.5246	11958.2	2.2422	39.9030	1.7044	7
3	六亚甲基二异氰酸酯	2.175	0.029	15766.5	1.6695	7619.8	2.3864	40.4387	1.6740	7

组分名	曲线方程	相关系数
甲苯二异氰酸酯	$A/A_i=0.931673* (C/C_i)$	1.00000
六亚甲基二异氰酸酯	$A/A_i=0.565769* (C/C_i)$	1.00000

## 4.4 标准曲线



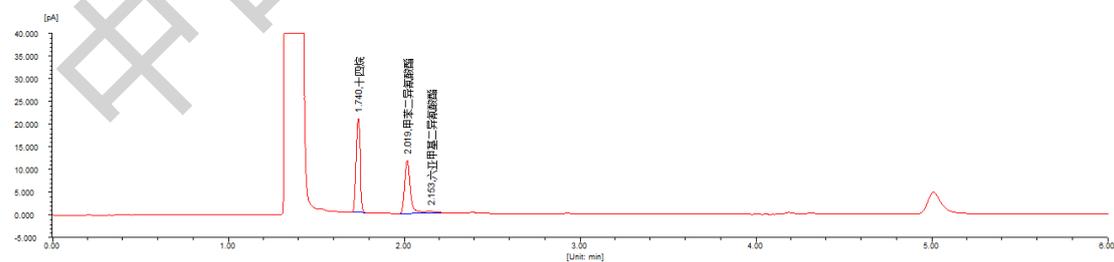
## 4.5 检出限

本方法的检出限如下表所示：

组分名	含量[μg]	含量[μg]	含量[μg]	含量[μg]	含量[μg]	含量[μg]	含量[μg]	MDL[μg]
甲苯二异氰酸酯	40.3397	40.1356	40.4024	40.2414	39.8474	39.922	38.4322	2.1376
六亚甲基二异氰酸酯	40.7536	40.6787	40.8342	40.8291	40.4916	40.551	38.9326	2.1276

说明：根据类型不同，按试验样品参照的标准中所规定的方法计算二异氰酸酯检出限，具体要求详见 GB/T 18446 第 9 节，此分析报告中检出限只计算出各化合物的质量检出限。

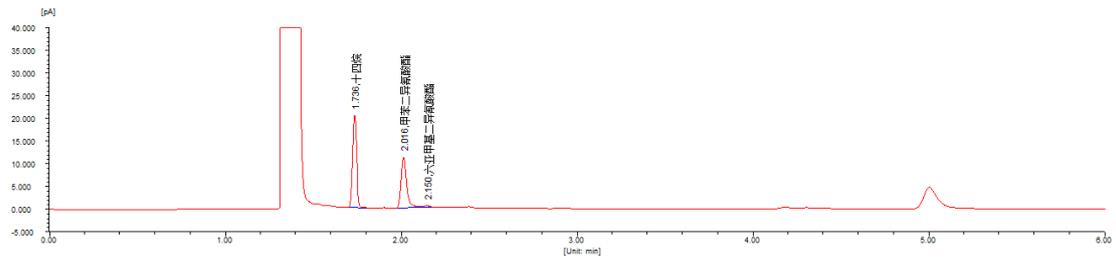
## 4.6 涂料样品



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	十四烷	1.740	0.027	20885.1	36057.3	55.9496	
2	甲苯二异氰酸酯	2.019	0.031	11844.0	26053.0	40.4261	0.5141
3	六亚甲基二异氰酸酯	2.153	0.062	488.6	2335.7	3.6243	0.0759
				总计:	33217.7	64446.1	100.0000
							0.5900

样品称样量为 0.2112g，按照《GB/T 18446-2009》9.2 计算得到游离二异氰酸酯总含量

为 0.5900%，大于标准规定的 0.4%，不符合标准要求。



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[%]
1	十四烷	1.736	0.026	20464.5	34035.2	56.6933	
2	甲苯二异氰酸酯	2.016	0.031	11294.9	24715.1	41.1685	0.5167
3	六亚甲基二异氰酸酯	2.150	0.058	396.6	1283.6	2.1381	0.0442
总计:				32156.0	60033.9	100.0000	0.5608

样品称样量为 0.2112g，按照《GB/T 18446-2009》9.2 计算得到游离二异氰酸酯总含量为 0.5608%，大于标准规定的 0.4%，不符合标准要求。

中国仪器仪表表学行