

ICS 83.180
G 38



中华人民共和国国家标准

GB 18583—2008
代替 GB 18583—2001

室内装饰装修材料 胶粘剂中有害物质限量

Indoor decorating and refurbishing materials—
Limit of harmful substances of adhesives

2008-09-24 发布

2009-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 要求	1
4 试验方法	2
5 检验规则	2
6 包装标志	2
附录 A (规范性附录) 胶粘剂中游离甲醛含量的测定 乙酰丙酮分光光度法	3
附录 B (规范性附录) 胶粘剂中苯含量的测定 气相色谱法	6
附录 C (规范性附录) 胶粘剂中甲苯、二甲苯含量的测定 气相色谱法	8
附录 D (规范性附录) 聚氨酯胶粘剂中游离甲苯二异氰酸酯含量的测定 气相色谱法	10
附录 E (规范性附录) 胶粘剂中卤代烃含量测定 气相色谱法	12
附录 F (规范性附录) 胶粘剂中总挥发性有机物含量的测定方法	14

前 言

本标准的第3章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准代替 GB 18583—2001《室内装饰装修材料 胶粘剂中有害物质限量》。

本标准与 GB 18583—2001 相比主要变化如下:

- 增加胶粘剂分类中本体型胶粘剂(本版 3.1);
- 增加和修订溶剂型胶粘剂有害物质种类和限量要求(本版 3.2,2001 版 3.1);
- 修订水基型胶粘剂有害物质限量要求(本版 3.3,2001 版 3.2);
- 增加本体型胶粘剂有害物质限量要求(本版 3.4);
- 修订有害物质检验方法(本版附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 和附录 F,2001 版附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 和附录 E);
- 增加有害物质检验方法(本版附录 E)。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D、附录 E、附录 F 为规范性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国胶粘剂标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:上海橡胶制品研究所、中化化工标准化研究所、中国胶粘剂工业协会、国家环保产品质量监督检验中心。

本标准参加起草单位:抚顺哥俩好化学有限公司、汉高粘合剂有限公司、深圳固强粘合剂有限公司、上海东和胶粘剂有限公司、江苏黑松林粘合剂厂、贵州水晶化工股份有限公司。

本标准起草人:金卫星、沈忆华、张欣慰、李宪权、龚辈凡、强恩源、许宁、关爱君。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 18583—2001。

室内装饰装修材料 胶粘剂中有害物质限量

1 范围

本标准规定了室内建筑装饰装修用胶粘剂中有害物质限量及其试验方法。
本标准适用于室内建筑装饰装修用胶粘剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 606—2003 化学试剂 水分测定通用方法 卡尔·费休法(ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 2793—1995 胶粘剂不挥发物含量测定

GB/T 13354—1992 液态胶粘剂密度的测定方法 重量杯法

3 要求

3.1 室内建筑装饰装修用胶粘剂分类

室内建筑装饰装修用胶粘剂分为溶剂型、水基型、本体型三大类。

3.2 溶剂型胶粘剂中有害物质限量

溶剂型胶粘剂中有害物质限量值应符合表1的规定。

表1 溶剂型胶粘剂中有害物质限量值

项 目	指 标			
	氯丁橡胶胶粘剂	SBS 胶粘剂	聚氨酯类胶粘剂	其他胶粘剂
游离甲醛/(g/kg)	≤0.50		—	—
苯/(g/kg)	≤5.0			
甲苯+二甲苯/(g/kg)	≤200	≤150	≤150	≤150
甲苯二异氰酸酯/(g/kg)	—		≤10	—
二氯甲烷/(g/kg)	总量≤5.0	≤50	—	≤50
1,2-二氯乙烷/(g/kg)		总量≤5.0		
1,1,2-三氯乙烷/(g/kg)				
三氯乙烯/(g/kg)				
总挥发性有机物/(g/L)	≤700	≤650	≤700	≤700

注:如产品规定了稀释比例或产品有双组分或多组分组成时,应分别测定稀释剂和各组分中的含量,再按产品规定的配比计算混合后的总量。如稀释剂的使用量为某一范围时,应按照推荐的最大稀释量进行计算。

3.3 水基型胶粘剂中有害物质限量值

水基型胶粘剂中有害物质限量值应符合表2的规定。

表 2 水基型胶粘剂中有害物质限量值

项 目	指 标				
	缩甲醛类胶粘剂	聚乙酸乙烯酯胶粘剂	橡胶类胶粘剂	聚氨酯类胶粘剂	其他胶粘剂
游离甲醛/(g/kg)	≤1.0	≤1.0	≤1.0	—	≤1.0
苯/(g/kg)	≤0.20				
甲苯+二甲苯/(g/kg)	≤10				
总挥发性有机物/(g/L)	≤350	≤110	≤250	≤100	≤350

3.4 本体型胶粘剂中有害物质限量值

本体型胶粘剂中有害物质限量值应符合表 3 的规定。

表 3 本体型胶粘剂中有害物质限量值

项 目	指 标
总挥发性有机物/(g/L)	≤100

4 试验方法

- 4.1 游离甲醛含量的测定按附录 A 进行。
- 4.2 苯含量的测定按附录 B 进行。
- 4.3 甲苯及二甲苯含量的测定按附录 C 进行。
- 4.4 游离甲苯二异氰酸酯含量的测定按附录 D 进行。
- 4.5 二氯甲烷、1,2-二氯乙烷、1,1,2-三氯乙烷和三氯乙烯含量的测定按本标准附录 E 进行。
- 4.6 总挥发性有机物含量的测定按附录 F 进行。

5 检验规则

5.1 型式检验

本标准所列的全部技术要求均为型式检验项目。在正常生产情况下,每年至少进行一次型式检验。生产配方、工艺及原材料有较大改变时或停产三个月后又恢复生产时应进行型式检验。

5.2 取样方法

在同一批产品中随机抽取三份样品,每份不小于 0.5 kg。

5.3 检验结果的判定

在抽取的三份样品中,取一份样品按本标准的规定进行测定。如果所有项目的检验结果符合本标准规定的要求,则判定为合格。如果有一项检验结果未达到本标准的要求时,应对保存样品进行复验,如复验结果仍未达到本标准的要求时,则判定为不合格。

6 包装标志

用于室内装饰装修的胶粘剂产品,必须在包装上标明本标准规定的有害物质的名称及其最高含量。

附录 A

(规范性附录)

胶粘剂中游离甲醛含量的测定 乙酰丙酮分光光度法

A.1 范围

本方法适用于室内建筑装饰装修用胶粘剂中游离甲醛含量的测定。

本方法适用于游离甲醛含量大于 0.05 g/kg 的室内建筑装饰装修用胶粘剂。

A.2 原理

水基型胶粘剂用水溶解,而溶剂型胶粘剂先用乙酸乙酯溶解后,再加水溶解。将溶解于水中的游离甲醛随水蒸出。在 pH=6 的乙酸-乙酸铵缓冲溶液中,馏出液中甲醛与乙酰丙酮作用,在沸水浴条件下迅速生成稳定的黄色化合物,冷却后在 415 nm 处测其吸光度。根据标准曲线,计算试样中游离甲醛含量。

A.3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

A.3.1 乙酸铵。

A.3.2 冰乙酸: $\rho=1.055$ g/mL。A.3.3 乙酰丙酮: $\rho=0.975$ g/mL。

A.3.3.1 乙酰丙酮溶液:0.25%(体积分数),称取 25 g 乙酸铵(A.3.1),加少量水溶解,加 3 mL 冰乙酸(A.3.2)及 0.25 mL 乙酰丙酮(A.3.3),混匀后再加水至 100 mL,调整 pH=6.0,此溶液于 2℃~5℃ 贮存,可稳定一个月。

A.3.4 盐酸溶液:1+5(V+V)。

A.3.5 氢氧化钠溶液:30 g/100 mL。

A.3.6 碘。

A.3.6.1 碘标准溶液: $c(1/2I_2)=0.1$ mol/L,按 GB/T 601 进行配制。

A.3.7 硫代硫酸钠溶液: $c(Na_2S_2O_3)=0.1$ mol/L,按 GB/T 601 进行配制。

A.3.8 淀粉溶液:1 g/100 mL,称 1 g 淀粉,用少量水调成糊状,倒入 100 mL 沸水中,呈透明溶液,临用时配制。

A.3.9 甲醛:质量分数为 36%~38%。

A.3.9.1 甲醛标准贮备液:取 10 mL 甲醛溶液(A.3.9)置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

A.3.9.2 甲醛标准贮备液的标定:吸取 5.0 mL 甲醛标准贮备液(A.3.9.1)置于 250 mL 碘量瓶中,加碘标准溶液(A.3.6.1)30.0 mL,立即逐滴地加入氢氧化钠溶液(A.3.5)至颜色退到淡黄色为止(大约 0.7 mL)。静置 10 min,加入盐酸溶液(A.3.4)15 mL,在暗处静置 10 min,加入 100 mL 新煮沸但已冷却的水,用标定好的硫代硫酸钠溶液(A.3.7)滴定至淡黄色,加入新配制的淀粉指示剂(A.3.8)1 mL,继续滴定至蓝色刚刚消失为终点。同时进行空白试验。按式(A.1)计算甲醛标准贮备液质量浓度 $\rho_{\text{甲醛}}$ 。

$$\rho_{\text{甲醛}} = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 15.0}{5.0} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

$\rho_{\text{甲醛}}$ ——甲醛标准贮备液质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_1 ——空白消耗硫代硫酸钠溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——标定甲醛消耗硫代硫酸钠溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

15.0——甲醛($1/2\text{HCHO}$)摩尔质量;

5.0——甲醛标准贮备液取样体积,单位为毫升(mL)。

A.3.9.3 甲醛标准溶液:用水将甲醛标准贮备液(A.3.9.1)稀释成 $10.0 \mu\text{g/mL}$ 甲醛标准溶液。在 $2\text{ }^\circ\text{C}\sim 5\text{ }^\circ\text{C}$ 贮存,可稳定一周。

注:可直接选用甲醛溶液标准样品(GSB 07-1179—2000)。

A.3.10 乙酸乙酯。

A.4 仪器

A.4.1 单口蒸馏烧瓶:500 mL。

A.4.2 直形冷凝管。

A.4.3 容量瓶:250 mL、200 mL、25 mL。

A.4.4 水浴锅。

A.4.5 分光光度计。

A.5 分析步骤

A.5.1 标准曲线的绘制

按表 A.1 所列甲醛标准贮备液的体积,分别加入六只 25 mL 容量瓶(A.4.3),加乙酰丙酮溶液(A.3.3.1)5 mL,用水稀释至刻度,混匀,置于沸水浴中加热 3 min,取出冷却至室温,用 1 cm 的吸收池,以空白溶液为参比,于波长 415 nm 处测定吸光度,以吸光度 A 为纵坐标,以甲醛质量浓度 $\rho(\mu\text{g/mL})$ 为横坐标,绘制标准曲线,或用最小二乘法计算其回归方程。

表 A.1 标准溶液的体积与对应的甲醛质量浓度

甲醛标准溶液(A.3.9.3)/mL	对应的甲醛质量浓度/ $(\mu\text{g/mL})$
10.00	4.0
7.50	3.0
5.00	2.0
2.50	1.0
1.25	0.5
0 ¹⁾	0 ¹⁾

1) 空白溶液。

A.5.2 样品测定

A.5.2.1 水基型胶粘剂

称取 2.0 g~3.0 g 试样(精确到 0.1 mg),置于 500 mL 的蒸馏烧瓶中,加 250 mL 水将其溶解,摇匀。装好蒸馏装置,加热蒸馏,蒸至馏出液为 200 mL,停止蒸馏。如蒸馏过程中发生沸溢现象,应减少称样量,重新试验。将馏出液转移至 250 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度。取 10 mL 馏出液于 25 mL 容量瓶中,加 5 mL 的乙酰丙酮溶液(A.3.3.1),用水稀释至刻度,摇匀。将其置于沸水浴中加热 3 min,取出冷却至室温。然后测其吸光度。

A.5.2.2 溶剂型胶粘剂

称取 5.0 g 试样(精确到 0.1 mg),置于 500 mL 的蒸馏烧瓶中,加入 20 mL 乙酸乙酯(A.3.10)溶解样品,然后再加 250 mL 水将其溶解,摇匀。

装好蒸馏装置,加热蒸馏,蒸至馏出液为 200 mL,停止蒸馏。将馏出液转移至 250 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度。取 10 mL 馏出液于 25 mL 容量瓶中,加 5 mL 的乙酰丙酮溶液(A.3.3.1),用水

稀释至刻度,摇匀。将其置于沸水浴中加热 3 min,取出冷却至室温。然后测其吸光度。

A.6 结果表述

直接从标准曲线上读出试样溶液甲醛的质量浓度。

试样中游离甲醛含量 w , 计算公式(A.2)如下:

$$w = \frac{(\rho_i - \rho_b) \cdot V \cdot f}{1\,000m} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

w ——试样中游离甲醛含量,单位为克每千克(g/kg);

ρ_i ——从标准曲线上读取的试样溶液中甲醛质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

ρ_b ——从标准曲线上读取的空白溶液中甲醛质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——馏出液定容后的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g);

f ——试样溶液的稀释因子。

附录 B

(规范性附录)

胶粘剂中苯含量的测定 气相色谱法

B.1 范围

本方法规定了室内建筑装饰装修用胶粘剂中苯含量的测定方法。

本方法适用于苯含量在 0.02 g/kg 以上的室内建筑装饰装修用胶粘剂。

B.2 原理

试样用适当的溶剂稀释后,直接用微量注射器将稀释后的试样溶液注入进样装置,并被载气带入色谱柱,在色谱柱内被分离成相应的组分,用氢火焰离子化检测器检测并记录色谱图,用外标法计算试样溶液中苯的含量。

B.3 试剂

B.3.1 苯:色谱纯。

B.3.2 乙酸乙酯:分析纯。

B.4 仪器

B.4.1 进样器:微量注射器。

B.4.2 色谱仪:带氢火焰离子化检测器。

B.4.3 色谱柱:毛细管柱;固定液为二甲基聚硅氧烷。

注:当有其他组分与被测组分的峰难以分开时,此时需换用不同极性柱子在合适条件下进行试验。

B.4.4 记录装置:积分仪或色谱工作站。

B.4.5 测定条件

注:可选用其他达到分离效果的测定条件。

B.4.5.1 汽化室温度:200 ℃。

B.4.5.2 检测室温度:250 ℃。

B.4.5.3 氮气:纯度大于 99.99%。

B.4.5.4 氢气:纯度大于 99.99%。

B.4.5.5 空气:硅胶除水。

B.4.5.6 程序升温:初始温度 35 ℃,保持时间 25 min,升温速率 8 ℃/min,终止温度 150 ℃,保持时间 10 min。

B.5 分析步骤

称取 0.2 g~0.3 g(精确至 0.1 mg)的试样,置于 50 mL 的容量瓶中,用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度,摇匀。用微量注射器取 1 μ L 进样,测其峰面积。若试样溶液的峰面积大于表 B.1 中最大浓度的峰面积,用移液管准确移取 V 体积的试样溶液于 50 mL 容量瓶中,用乙酸乙酯稀释至刻度,摇匀后再测。

B.6 标准溶液的配制

B.6.1 苯标准溶液:1.0 mg/mL。

称取 0.1 g(精确到 0.1 mg)苯,置于 100 mL 的容量瓶中,用乙酸乙酯稀释至刻度,摇匀。

B.6.2 系列苯标准溶液的配置

按表 B.1 中所列苯标准溶液(B.6.1)的体积,分别加到六个 25 mL 的容量瓶中,用乙酸乙酯稀释至刻度,摇匀。

表 B.1 系列标准溶液的体积与相应苯的质量浓度

移取的体积/mL	相应苯的质量浓度/($\mu\text{g/mL}$)
15.00	600
10.00	400
5.00	200
2.50	100
1.00	40
0.50	20

B.6.3 系列标准溶液峰面积的测定

开启气相色谱仪,对色谱条件进行设定,待基线稳定后,用微量注射器取 1 μL 标准溶液进样,测定峰面积,每一标准溶液进样五次,取其平均值。

B.6.4 标准曲线的绘制

以峰面积 A 为纵坐标,相应质量浓度 ρ ($\mu\text{g/mL}$) 为横坐标,即得标准曲线。

B.7 结果表述

直接从标准曲线上读取试样溶液中苯的浓度。

试样中苯含量 w , 计算公式(B.1)如下:

$$w = \frac{\rho_t \cdot V \cdot f}{1\,000m} \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

式中:

w ——试样中苯含量,单位为克每千克(g/kg);

ρ_t ——从标准曲线上读取的试样溶液中苯的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g);

f ——稀释因子。

附录 C

(规范性附录)

胶粘剂中甲苯、二甲苯含量的测定 气相色谱法

C.1 范围

本方法规定了室内建筑装饰装修用胶粘剂中甲苯、二甲苯含量的测定方法。

本方法适用于甲苯含量在 0.02 g/kg 以上的室内建筑装饰装修用胶粘剂。

本方法适用于二甲苯含量在 0.02 g/kg 以上的室内建筑装饰装修用胶粘剂。

C.2 原理

试样用适当的溶剂稀释后,直接用微量注射器将稀释后的试样溶液注入进样装置,并被载气带入色谱柱,在色谱柱内被分离成相应的组分,用氢火焰离子化检测器检测并记录色谱图,用外标法计算试样溶液中的甲苯和二甲苯的含量。

C.3 试剂

C.3.1 甲苯:色谱纯。

C.3.2 间二甲苯和对二甲苯:色谱纯。

C.3.3 邻二甲苯:色谱纯。

C.3.4 乙酸乙酯:分析纯。

C.4 仪器

C.4.1 进样装置:微量注射器。

C.4.2 色谱仪:带氢火焰离子化检测器。

C.4.3 色谱柱:毛细管柱,固定液为二甲基聚硅氧烷。

注:当有其他组分与被测组分的峰难以分开时,此时需换用不同极性柱子在合适条件下进行试验。

C.4.4 记录装置:积分仪或色谱工作站。

C.4.5 测定条件

注:可选用其他达到分离效果的测定条件。

C.4.5.1 汽化室温度:200 ℃。

C.4.5.2 检测室温度:250 ℃。

C.4.5.3 氮气:纯度大于 99.99%。

C.4.5.4 氢气:纯度大于 99.99%。

C.4.5.5 空气:硅胶除水。

C.4.5.6 程序升温:初始温度 35 ℃,保持时间 25 min,升温速率 8 ℃/min,终止温度 150 ℃,保持时间 10 min。

C.5 分析步骤

称取 0.2 g~0.3 g(精确至 0.1 mg)的试样,置于 50 mL 的容量瓶中,用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度,摇匀。用微量注射器取 1 μL 进样,测其峰面积。若试样溶液的峰面积大于表中最大浓度的峰面积,用移液管准确移取 V 体积的试样溶液于 50 mL 容量瓶中,用乙酸乙酯稀释至刻度,摇匀后再测。

C.6 标准溶液的配制

C.6.1 甲苯、间二甲苯和对二甲苯、邻二甲苯标准溶液: 1.0 mg/mL、1.0 mg/mL、1.0 mg/mL

分别称取 0.100 0 g 甲苯、0.100 0 g 间二甲苯和对二甲苯、0.1 g(精确到 0.1 mg) 邻二甲苯, 置于 100 mL 的容量瓶中, 用乙酸乙酯稀释至刻度, 摇匀。

C.6.2 系列标准溶液的配制

按表 C.1 中所列标准溶液(C.6.1) 体积, 分别加入六个 25 mL 的容量瓶中, 用乙酸乙酯稀释至刻度, 摇匀。

表 C.1 标准溶液(C.6.1) 的体积与对应的质量浓度

移取的体积/ mL	对应甲苯的质量浓度/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	对应间二甲苯和对二甲苯的质量浓度/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	对应邻二甲苯的质量浓度/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)
15.00	600	600	600
10.00	400	400	400
5.00	200	200	200
2.50	100	100	100
1.00	40	40	40
0.50	20	20	20

C.6.3 系列标准溶液峰面积的测定

开启气相色谱仪, 对色谱条件进行设定, 待基线稳定后, 用微量注射器取 1 μL 标准溶液进样, 测定峰面积, 每一标准溶液进样五次, 取其平均值。

C.6.4 标准曲线的绘制

以峰面积 A 为纵坐标, 相应质量浓度 ρ ($\mu\text{g}/\text{mL}$) 为横坐标, 即得标准曲线。

C.7 结果表述

直接从标准曲线上读取试样溶液中甲苯或二甲苯的质量浓度。

试样中甲苯或二甲苯含量 w , 计算公式(C.1) 如下:

$$w = \frac{\rho_i \cdot V \cdot f}{1\ 000m} \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

w ——试样中甲苯或二甲苯含量, 单位为克每千克(g/kg);

ρ_i ——从标准曲线上读取的试样溶液中甲苯或二甲苯质量浓度, 单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——试样溶液的体积, 单位为毫升(mL);

m ——试样的质量, 单位为克(g);

f ——稀释因子。

附录 D

(规范性附录)

聚氨酯胶粘剂中游离甲苯二异氰酸酯含量的测定 气相色谱法

D.1 范围

本方法适用于室内建筑装饰装修用聚氨酯胶粘剂中游离甲苯二异氰酸酯含量的测定。

本方法能测定游离甲苯二异氰酸酯含量在 0.1 g/kg 以上的室内建筑装饰装修用聚氨酯胶粘剂。

D.2 原理

试样用适当的溶剂稀释后,加入正十四烷作内标物。将稀释后的试样溶液注入进样装置,并被载气带入色谱柱,在色谱柱内被分离成相应的组分,用氢火焰离子化检测器检测并记录色谱图,用内标法计算试样溶液中甲苯二异氰酸酯的含量。

D.3 试剂

D.3.1 乙酸乙酯:加入 100 g 5A 分子筛(D.3.4),放置 24 h 后过滤。

D.3.2 甲苯二异氰酸酯。

D.3.3 正十四烷:色谱纯。

D.3.4 5A 分子筛:在 500 °C 的高温炉中加热 2 h,置于干燥器中冷却备用。

D.4 仪器

D.4.1 进样装置:微量注射器。

D.4.2 色谱仪:带氢火焰离子化检测器。

D.4.3 色谱柱:固定液为二甲基聚硅氧烷。

D.4.4 记录装置:积分仪或色谱工作站。

D.4.5 测定条件

注:可选用其他达到分离效果的测定条件。

D.4.5.1 汽化室温度:200 °C。

D.4.5.2 检测室温度:250 °C。

D.4.5.3 柱箱温度:160 °C。

D.4.5.4 氮气:纯度大于 99.99%。

D.4.5.5 氢气:纯度大于 99.99%。

D.4.5.6 空气:硅胶除水。

D.5 分析步骤

D.5.1 内标溶液的制备

称取 0.2 g(精确到 0.1 mg)正十四烷于 25 mL 的容量瓶中,用除水的乙酸乙酯稀释至刻度,摇匀。

D.5.2 相对质量校正因子的测定

称取 0.2 g~0.3 g(精确到 0.1 mg)甲苯二异氰酸酯于 50 mL 的容量瓶中,加入 5 mL 内标物,用适量的乙酸乙酯稀释,取 1 μ L 进样,测定甲苯二异氰酸酯和正十四烷的色谱峰面积。根据公式计算相对质量校正因子,相对质量校正因子 f' 的计算公式(D.1)如下:

$$f' = \frac{m_i}{m_s} \cdot \frac{A_s}{A_i} \quad \dots\dots\dots(D.1)$$

式中:

m_i ——甲苯二异氰酸酯的质量,单位为克(g);

m_s ——所加内标物质量,单位为克(g);

A_i ——甲苯二异氰酸酯的峰面积;

A_s ——所加内标物的峰面积。

D.5.3 试样溶液的制备及测定

称取 2.0 g~3.0 g(精确到 0.1 mg)样品于 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 内标物,用适量的乙酸乙酯稀释,取 1 μ L 进样,测定试样溶液中甲苯二异氰酸酯和正十四烷的色谱峰面积。

D.6 结果表述

试样中游离甲苯二异氰酸酯含量 w , 计算公式(D.2)如下:

$$w = f' \frac{A_i}{A_s} \cdot \frac{m_s}{m_i} \times 1000 \quad \dots\dots\dots(D.2)$$

式中:

w ——试样中游离甲苯二异氰酸酯含量,单位为克每千克(g/kg);

f' ——相对质量校正因子;

m_i ——待测试样的质量,单位为克(g);

m_s ——所加内标物质量,单位为克(g);

A_i ——待测试样的峰面积;

A_s ——所加内标物的峰面积。

附 录 E

(规范性附录)

胶粘剂中卤代烃含量测定 气相色谱法

E.1 范围

本方法规定了室内建筑装饰装修用胶粘剂中有害物质二氯甲烷、1,2-二氯乙烷、1,1,2-三氯乙烷、三氯乙烯含量测定方法。

本方法适用于二氯甲烷、1,2-二氯乙烷、1,1,2-三氯乙烷、三氯乙烯含量在 0.1 g/kg 以上的室内建筑装饰装修用胶粘剂的测定。

E.2 原理

试样用适当的溶剂稀释后,直接用微量注射器将稀释后的试样溶液注入进样装置,并被载气带入色谱柱,在色谱柱内被分离成相应的组分,用氢火焰离子化检测器检测并记录色谱图,用外标法计算试样溶液中待测组分的含量。

E.3 试剂

E.3.1 二氯甲烷、1,2-二氯乙烷、1,1,2-三氯乙烷、三氯乙烯均为色谱纯。

E.3.2 乙酸乙酯:分析纯。

E.4 仪器

E.4.1 进样器:微量注射器。

E.4.2 色谱仪:带氢火焰离子化检测器。

E.4.3 色谱柱:毛细管柱,固定液为二甲基聚硅氧烷。

注:当有其他组分与被测组分的峰难以分开时,此时需换用不同极性柱子在合适条件下进行试验。

E.4.4 记录装置:积分仪或色谱工作站。

E.4.5 测定条件

注:可选用其他达到分离效果的测定条件。

E.4.5.1 汽化室温度:200 ℃。

E.4.5.2 检测室温度:250 ℃。

E.4.5.3 氮气:纯度大于 99.99%。

E.4.5.4 氢气:纯度大于 99.99%。

E.4.5.5 空气:硅胶除水。

E.4.5.6 分流,分流比为 20:1。

E.4.5.7 尾吹:30 mL/min。

E.4.5.8 二氯甲烷 恒温:80 ℃。

E.4.5.9 1,2-二氯乙烷、1,1,2-三氯乙烷、三氯乙烯程序升温:

初始温度 35 ℃,保持时间 25 min,升温速率 8 ℃/min,终止温度 150 ℃,保持时间 10 min。

E.5 分析步骤

称取 0.2 g~0.3 g(精确至 0.1 mg)的试样,置于 50 mL 的容量瓶中,用乙酸乙酯溶解并稀释至刻度,摇匀。用微量注射器取 1 μL 进样,测其峰面积。若试样溶液的峰面积大于表 E.1 中最大浓度的峰

面积,用移液管准确移取 V 体积的试样溶液于 50 mL 容量瓶中,用乙酸乙酯稀释至刻度,摇匀后再测。

E.6 标准溶液的配制

E.6.1 标准溶液: 10 mg/mL

分别称取约 1 g 准确至 0.000 1 g 的二氯甲烷、1,2-二氯乙烷、1,1,2-三氯乙烷和三氯乙烯,分别置于 100 mL 的容量瓶中,用乙酸乙酯稀释至刻度,摇匀。

E.6.2 标准溶液: 500 $\mu\text{g}/\text{mL}$

分别取适当体积的二氯甲烷、1,2-二氯乙烷、1,1,2-三氯乙烷和三氯乙烯溶液(E.6.1),置于一个 100 mL 的容量瓶中,用乙酸乙酯稀释至刻度,摇匀即得二氯甲烷、1,2-二氯乙烷、1,1,2-三氯乙烷和三氯乙烯浓度为 500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准溶液。

E.6.3 系列标准溶液的配制

按表 E.1 中所列标准溶液(E.6.2)的体积,分别置于六个 25 mL 的容量瓶中,用乙酸乙酯稀释至刻度,摇匀。

表 E.1 系列标准溶液的体积与相应的质量浓度

移取的体积/ mL	二氯甲烷的质量浓度/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	1,2-二氯乙烷的质量浓度/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	1,1,2-三氯乙烷的质量浓度/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	三氯乙烯的质量浓度/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)
25.00	500.0	500.0	500.0	500.0
10.00	200.0	200.0	200.0	200.0
5.00	100.0	100.0	100.0	100.0
2.50	50.0	50.0	50.0	50.0
1.00	20.0	20.0	20.0	20.0
0.50	10.0	10.0	10.0	10.0

E.6.4 系列标准溶液峰面积的测定

开启气相色谱仪,对色谱条件进行设定,待基线稳定后,用微量注射器取 1 μL 标准溶液进样,测定峰面积,每一标准溶液进样五次,取其平均值。

E.6.5 标准曲线的绘制

以峰面积 A 为纵坐标,相应标准溶液质量浓度 ρ ($\mu\text{g}/\text{mL}$) 为横坐标,即得标准曲线。

E.7 结果表述

直接从标准曲线上读取或根据回归方程计算出试样溶液中待测组分的质量浓度。

试样中待测组分含量 w , 计算公式(E.1)如下:

$$w = \frac{\rho_i \cdot V \cdot f}{1\,000m} \dots\dots\dots (\text{E.1})$$

式中:

w ——试样中待测组分含量,单位为克每千克(g/kg);

ρ_i ——试样溶液中待测组分的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g);

f ——试样溶液的稀释倍数。

附录 F

(规范性附录)

胶粘剂中总挥发性有机物含量的测定方法

F.1 范围

本方法适用于室内建筑装饰装修用胶粘剂中总挥发性有机物含量的测定。

F.2 原理

将适量的胶粘剂置于恒定温度的鼓风干燥箱中,在规定的时间内,测定胶粘剂总挥发物含量。用卡尔·费休法或气相色谱法测定其中水分的含量。胶粘剂总挥发物含量扣除其中水分的量,计算得胶粘剂中总挥发性有机物的含量。

F.3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

F.3.1 卡尔·费休试剂。

F.4 仪器

F.4.1 鼓风干燥箱:温度能控制在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

F.4.2 卡尔·费休滴定仪。

F.4.3 气相色谱仪:配有热导检测器。

F.5 分析步骤

F.5.1 总挥发分含量的测定

按 GB/T 2793—1995 规定的方法进行测定。

F.5.2 胶粘剂中水分含量的测定

F.5.2.1 卡尔·费休法

按 GB/T 606—2003 规定的方法进行测定。

F.5.2.2 气相色谱法

F.5.2.2.1 试剂

F.5.2.2.1.1 蒸馏水。

F.5.2.2.1.2 无水 N,N-二甲基甲酰胺(DMF),分析纯。

F.5.2.2.1.3 无水异丙醇,分析纯。

F.5.2.2.2 仪器

F.5.2.2.2.1 气相色谱仪:配有热导检测器。

F.5.2.2.2.2 色谱柱:柱长 1 m,外径 3.2 mm,填充 $177\text{ }\mu\text{m}\sim 250\text{ }\mu\text{m}$ 的高分子多孔微球的不锈钢柱。(对于程序升温,柱温的初始温度 $80\text{ }^{\circ}\text{C}$,保持时间 5 min,升温速率 $30\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$,终止温度 $170\text{ }^{\circ}\text{C}$,保持时间 5 min;对于恒温,柱温为 $140\text{ }^{\circ}\text{C}$,在异丙醇完全出完后,把柱温调到 $170\text{ }^{\circ}\text{C}$,待 DMF 峰出完。若继续测试,再把柱温降到 $140\text{ }^{\circ}\text{C}$)。

F.5.2.2.2.3 记录仪。

F.5.2.2.2.4 微量注射器。

F.5.2.2.2.5 具塞玻璃瓶:10 mL。

F.5.2.2.3 试验步骤

F.5.2.2.3.1 测定水的响应因子 R

在同一具塞玻璃瓶中称 0.2 g 左右的蒸馏水和 0.2 g 左右的异丙醇(精确至 0.1 mg),加入 2 mL 的 N,N-二甲基甲酰胺,混匀。用微量注射器进 1 μ L 的标准混样,记录其色谱图。

按式(F.1)计算水的响应因子 R :

$$R = \frac{m_i A_{H_2O}}{m_{H_2O} A_i} \dots\dots\dots (F.1)$$

式中:

R —— 水的响应因子;

m_i —— 异丙醇质量,单位为克(g);

m_{H_2O} —— 水的质量,单位为克(g);

A_{H_2O} —— 水峰面积;

A_i —— 异丙醇峰面积。

若异丙醇和二甲基甲酰胺不是无水试剂,则以同样量的异丙醇和二甲基甲酰胺(混合液),但不加水做为空白,记录空白的水峰面积。

按式(F.2)计算水的响应因子:

$$R = \frac{m_i (A_{H_2O} - B)}{m_{H_2O} A_i} \dots\dots\dots (F.2)$$

式中:

R —— 水的响应因子;

m_i —— 异丙醇质量,单位为克(g);

m_{H_2O} —— 水的质量,单位为克(g);

A_{H_2O} —— 水峰面积;

A_i —— 异丙醇峰面积;

B —— 空白中水的峰面积。

F.5.2.2.3.2 样品分析

称取搅拌均匀后的试样 0.6 g 和 0.2 g 的异丙醇(精确至 0.1 mg),加入到具塞玻璃瓶中,再加入 2 mL N,N-二甲基甲酰胺,盖上瓶塞,同时准备一个不加试样的异丙醇和 N,N-二甲基甲酰胺做为空白样。用力摇动装有试样的小瓶 15 min,放置 5 min 使其沉淀,也可使用低速离心机使其沉淀。吸取 1 μ L 试样瓶中的上清液,注入色谱仪中,并记录其色谱图。

按式(F.3)计算试样中水的质量分数 w_* :

$$w_* = \frac{100 \times (A_{H_2O} - B)m_i}{A_i m_p R} \dots\dots\dots (F.3)$$

式中:

A_{H_2O} —— 水峰面积;

B —— 空白中水峰面积;

A_i —— 异丙醇峰面积;

m_i —— 异丙醇质量,单位为克(g);

m_p —— 试样质量,单位为克(g);

R —— 响应因子。

F.5.3 胶粘剂密度的测定

按 GB/T 13354—1992 规定的方法进行测定。

F.6 结果的表述

试样中总有机挥发物含量 w , 计算公式(F.4)如下:

$$w = [(w_{\text{总}} - w_{\text{水}})/(1 - w_{\text{水}})] \times \rho \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (\text{F.4})$$

式中:

- w ——试样中总有机挥发物含量, 单位为克/升(g/L);
 - $w_{\text{总}}$ ——总挥发分含量质量分数;
 - $w_{\text{水}}$ ——水分含量质量分数;
 - ρ ——试样的密度, 单位为克每毫升(g/mL)。
-