

ICS 87.040

G 51

备案号: 18485—2006

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3858—2006

稀释剂、防潮剂水分测定法

Determination of water of thinners and retarders

2006-07-27 发布

2006-10-11 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国涂料和颜料标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位：上海市涂料研究所。

本标准主要起草人：童国忠。

本标准为国家标准清理评价后由国家标准直接转化为化工行业标准，仅进行了编辑性修改，技术内容不变。

本标准于1992年以GB/T 1751—1992首次发布，本次直接转化为化工行业标准。

本标准委托全国涂料和颜料标准化技术委员会负责解释。

稀释剂、防潮剂水分测定法

1 范围

本标准规定了一般涂料稀释剂、防潮剂水分的定性测定和气相色谱定量分析方法。

本标准的气相色谱法定量分析适用于含水量 0.02 % ~ 3 % 的稀释剂和防潮剂。当含水量为 0.005 % ~ 0.02 % 或 3 % ~ 5 %，本方法仍可使用，但实验误差可能增大。

特种稀释剂、特种防潮剂中的水分测定，按有关产品标准规定进行。

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 1922 溶剂油

GB 2366 化工产品中水分含量的测定 气相色谱法

GB 9278 涂料试样的状态调节和试验的温湿度 (GB 9278 1988, eqv ISO 3270 : 1984, Paints and varnishes and their raw materials Temperatures and humidities for conditioning and testing)

GB 9722 化学试剂气相色谱法通则

3 定性测定

3.1 方法提要

定性测定的原理为在稀释剂、防潮剂中加入规定的溶剂后，观察其外观有无浑浊或分层现象来评定结果。

3.2 材料和仪器

3.2.1 带磨口塞量筒，100 mL。

3.2.2 NY 200 溶剂油 (GB 1922)。

3.3 测定方法

在 GB 9278 规定的恒温恒湿条件下，于 100 mL 带磨口塞量筒中，量取 25 mL 稀释剂或防潮剂，再加入 25 mL NY 200 溶剂油。用磨口塞塞住量筒，用力振荡 1 min。在散射光线下观察，无浑浊或分层现象为合格。

4 定量测定 气相色谱法

4.1 方法提要

本方法以高分子多孔微球为固定相，因为它对水的保留值最小，而且水的峰形陡直，对称性也好。

采用外标法按水峰峰面积或峰高进行定量。

4.2 试验条件

4.2.1 仪器：气相色谱仪的灵敏度及稳定性应符合 GB 9722 规定及 4.2.3a 要求。

4.2.2 检测器：热传导检测器。桥电流：150 mA 或参照仪器说明书规定。

4.2.3 固定相：高分子多孔微球 (0.15 mm ~ 0.18 mm, 0.18 mm ~ 0.25 mm)。只要能符合下列色谱柱指标均可使用。

a) 对水敏感度 $\geq 3 \text{ mm}/\mu\text{g}$ 水。

配制含水量为 0.2 % 的标准样,进行色谱分析。求取每 μg 水所相当的水峰高,即为该色谱柱对水的敏感度。

b) 峰底宽度 $\leq 55\text{s}$ 。

用所使用的记录仪纸速将水峰峰底宽度换算为时间(以 s 计)。

c) 调节柱温及载气流速,使被测样品中的水峰与其后之相邻峰的分辨率 $R \geq 1$ 。

计算公式:

$$R = 2 \frac{t_{R(2)} - t_{R(1)}}{Y_{(1)} + Y_{(2)}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$t_{R(1)}$ 水峰保留时间,单位为秒(s);

$t_{R(2)}$ 水后相邻峰的保留时间,单位为秒(s);

$Y_{(1)}$ 水峰基线宽度,单位为秒(s);

$Y_{(2)}$ 水后相邻峰的基线宽度,单位为秒(s)。

4.2.4 载气; H_2 ,单位为秒(s)。

4.2.5 载气流量;20 mL/min~30 mL/min,或适当流量。

4.2.6 柱温;100 $^{\circ}\text{C}$ ~170 $^{\circ}\text{C}$,或适当柱温。

4.2.7 汽化室温度;150 $^{\circ}\text{C}$ ~250 $^{\circ}\text{C}$ 。

4.2.8 检测室温度;100 $^{\circ}\text{C}$ ~170 $^{\circ}\text{C}$,或适当温度。

4.2.9 柱长;1 m~3 m 不锈钢或玻璃柱。

4.2.10 进样器;10 μL 一支,50 μL 一支。

4.2.11 进样量;1 μL ~8 μL 。必要时进样量可增加到 40 μL 。

4.3 试剂

4.3.1 丁酮;分析纯。

4.3.2 5A 分子筛,在高温炉中 500 $^{\circ}\text{C}$ 活化 4 h,置于干燥器中备用。

4.3.3 无水丁酮或其他无水标样的制备;若被分析的稀释剂、防潮剂样品易制备成无水状态,并且又易溶解微量水制成标准样品,则选用其本身为底液来配制标准水样,否则,建议选用无水丁酮为底液来配制标准水样。

按上述方法选取的底液,经 5A 分子筛几次吸水后,在磨口瓶中保存,使用时,在所使用的色谱条件下,进样 8 μL 不出水峰即可使用,若有微小水峰,记录作以后测量水峰面积或峰高校正用。

4.4 特殊要求

4.4.1 所使用的配样瓶、进样器等,应在烘箱中烘干,置于干燥器中备用。

4.4.2 在配样、取样以及整个分析过程中避免环境的潮气浸入。

4.4.3 进样时,用被测样品反复冲洗进样器,取进样三次以上的平行结果之平均值为测定值。

4.4.4 载气流路最好是不锈钢管或尼龙管。为保证水的敏感度,需尽量使载气干燥,因此,载气干燥管需加长,并定期活化。

4.5 测定方法 外标法

4.5.1 估计被分析样品的大致含水量。在配有胶塞的三角瓶或 10 mL 青霉素瓶中加入预先备好的无水底液,用称重法配一个数量级上与被分析样品含水量相近的标准水样。

4.5.2 标准水样应新配制,在短时间使用。测定时用 4.2.10 的进样器取标准水样进行测定,然后再取实测样品进行测定,分别进样三次。

4.5.3 如被测样品中水含量较低,外标可采用 GB/T 2366 苯中饱和水的数据为基准。分析时苯中饱和水的峰高不应超过被测样品中水峰高的 10 倍,否则误差变大。

苯-水平衡溶液的制备方法:将约 150 mL 的苯(分析纯)置于分液漏斗中,与同体积的蒸馏水振荡、

洗涤,除去水溶性物质。洗涤次数不少于五次。最后一次经充分振荡后连水一起装入苯-水平衡瓶(见图1)或500 mL试剂瓶中,静置10min后即可使用。每次使用前需搅拌或振荡30s以上,静置2min后则可作为某室温下的标准水样使用。

根据室温查苯中饱和水溶解度表得出相应含水量。

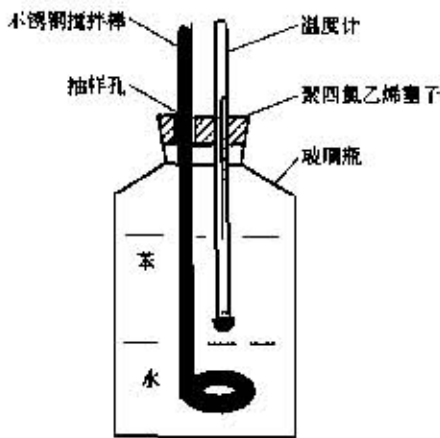


图1 苯-水平衡瓶示意图

4.5.4 计算方法(标准水样和被测样品进样量相同):

$$w_r = \frac{A_s w_s \rho_s}{A_r \rho_r} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- w_r 被测样品中水的质量百分含量,单位为百分数(%);
- A_s 被测样品水峰面积(或峰高);
- ρ_s 被测样品的密度,单位为克每毫升(g/mL);
- w_s 标准水样的水的质量百分含量,单位为百分数(%);
- A_r 标准水样水峰面积(或峰高);
- ρ_r 标准水样的密度,单位为克每毫升(g/mL)。

4.5.5 为减少分析误差,进标准样和被测样品应使用同一支进样器,进样体积应相等。仪器衰减挡数应相等。应尽可能配用色谱数据处理器代替手工测量色谱峰参数。水含量大于1%时,应优先采用峰面积法进行计算。苯中饱和水溶解度见表1。

表 1 苯中饱和水溶解度

温度/℃	水含量/%	温度/℃	水含量/%
10	0.0440	25	0.0716
11	0.0457	26	0.0745
12	0.0474	27	0.0773
13	0.0491	28	0.0802
14	0.0508	29	0.0830
15	0.0525	30	0.0859
16	0.0543	31	0.0888
17	0.0561	32	0.0918
18	0.0579	33	0.0947
19	0.0597	34	0.0977
20	0.0614	35	0.1006
21	0.0635	36	0.1055
22	0.0655	37	0.1104
23	0.0676	38	0.1153
24	0.0696	39	0.1202

4.6 允许差

4.6.1 标准水样和被测样品应各取三次进样的分析数据平均值作为计算依据。三次数据之间平行相对误差均不应大于 5 %。

4.6.2 含水量为 0.02 % ~ 3 % 时, 试样的标准值和测定的平均值之间的差值应不大于标准值的 10 %。

5 试验报告

5.1 试验报告至少包括如下内容:

- a) 被测样品的名称、来源及批号;
- b) 注明采用本标准;
- c) 与本试验所规定的程序的任何不同之处;
- d) 试验结果;
- e) 试验日期。

5.2 如采用气相色谱法定量分析还应包括如下内容:

- a) 标准水样名称;
- b) 气相色谱主要测试条件。如: 柱、固定相、柱温、汽化温度、进样量等。