



中华人民共和国国家标准

GB 33372—2020
代替 GB/T 33372—2016

胶粘剂挥发性有机化合物限量

Limit of volatile organic compounds content in adhesive

2020-03-04 发布

2020-12-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的全部技术内容为强制性。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 33372—2016《胶粘剂挥发性有机化合物限量》，与 GB/T 33372—2016 相比，主要技术变化如下：

- 修改了标准的适用范围(见第 1 章,2016 年版的第 1 章)；
- 修改了术语和定义(见第 3 章,2016 年版的第 3 章)；
- 增加了胶粘剂分类(见第 4 章)；
- 按不同应用领域,修改、增加了胶粘剂中挥发性有机化合物含量的限量(见第 5 章,2016 年版的第 4 章)；
- 按不同类型胶粘剂,修改、增加了不同类型胶粘剂 VOC 的检测方法(见第 6 章及附录,2016 年版的第 5 章及附录)。

本标准由中华人民共和国工业和信息化部提出并归口。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 33372—2016。



胶粘剂挥发性有机化合物限量

1 范围

本标准规定了在规定条件下的胶粘剂中挥发性有机化合物(以下简称 VOC)含量的限定要求、试验方法、检验规则和包装标志。

本标准适用于溶剂型、水基型、本体型胶粘剂中挥发性有机化合物含量的限定。

本标准不适用于:

- 用作中间体或未进入流通领域用作生产原料的胶粘剂;
- 用于任何研究与开发、质量保证或分析实验室中试验或评估的胶粘剂;
- 脲醛、酚醛、三聚氰胺甲醛胶粘剂;
- 材料粘接时应用的特殊功能性表面处理剂。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 2793 胶粘剂不挥发物含量的测定
- GB/T 2943 胶粘剂术语
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 13354 液态胶粘剂密度的测定方法 重量杯法
- GB 19340 鞋和箱包用胶粘剂
- GB/T 20740 胶粘剂取样
- GB 30982 建筑胶粘剂有害物质限量
- GB 37822 挥发性有机物无组织排放控制标准
- HG/T 2492—2018 α -氰基丙烯酸乙酯瞬间胶粘剂

3 术语和定义

GB/T 2943 和 GB 37822 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

挥发性有机化合物含量 volatile organic compounds content
VOC 含量

规定条件下,测得的单位体积或质量胶粘剂中挥发性有机化合物的质量。

3.2

溶剂型胶粘剂 solvent-based adhesive
以挥发性有机溶剂为主体分散介质的胶粘剂。

3.3

水基型胶粘剂 water-based adhesive
以水为主体分散介质的胶粘剂。

3.4

本体型胶粘剂 bulk adhesive

分散介质含量占总量的 5% 以内的胶粘剂。

4 分类

根据胶粘剂产品中不同的分散介质和含量,分为溶剂型、水基型、本体型三大类。

注:通常水基型胶粘剂和本体型胶粘剂为低 VOC 型胶粘剂。

5 VOC 含量限量

5.1 基本要求

5.1.1 胶粘剂产品中苯系(苯、甲苯和二甲苯)、卤代烃(二氯甲烷、1,2-二氯乙烷、1,1,1-三氯乙烷、1,1,2-三氯乙烷)、甲苯二异氰酸酯、游离甲醛等单个挥发性有机化合物含量,应满足 GB 30982 或 GB 19340 中的规定。

5.1.2 胶粘剂产品明示用于多种用途,取各要求中的最低限量。

5.2 溶剂型胶粘剂 VOC 含量限量

溶剂型胶粘剂 VOC 含量限量应符合表 1 的规定。

表 1 溶剂型胶粘剂 VOC 含量限量

应用领域	限量值/(g/L)				
	≤				
	氯丁橡胶类	苯乙烯-丁二烯-苯乙烯嵌段共聚物橡胶类	聚氨酯类	丙烯酸酯类	其他
建筑	650	550	500	510	500
室内装饰装修	600	500	400	510	450
鞋和箱包	600	500	400	—	400
木工与家具	600	500	400	510	400
装配业	600	550	250	510	250
包装	600	500	400	510	500
特殊	850 ^a	—	550 ^b	—	700 ^c
其他	600	500	250	510	250
^a 现场抢修用。 ^b 重防腐专用。 ^c 汽车桥梁减震用热硫化胶粘剂。					

5.3 水基型胶粘剂 VOC 含量限量

水基型胶粘剂 VOC 含量限量应符合表 2 的规定。

表 2 水基型胶粘剂 VOC 含量限量

应用领域	限量值/(g/L)						
	≤						
	聚乙酸乙烯酯类	聚乙烯醇类	橡胶类	聚氨酯类	醋酸乙烯- 乙烯共聚乳液类	丙烯酸酯类	其他
建筑	100	100	150	100	50	100	50
室内装饰装修	50	50	100	50	50	50	50
鞋和箱包	50	—	150	50	50	100	50
木工与家具	100	—	100	50	50	50	50
交通运输	50	—	50	50	50	50	50
装配	100	—	100	50	50	50	50
包装	50	—	50	50	50	50	50
其他	50	50	50	50	50	50	50

5.4 本体型胶粘剂 VOC 含量限量

本体型胶粘剂 VOC 含量限量见表 3。

表 3 本体型胶粘剂 VOC 含量限量

应用领域	限量值/(g/kg)								
	≤								
	有机硅类	MS 类	聚氨酯类	聚硫类	丙烯酸酯类	环氧树脂类	α-氰基丙烯酸酯类	热塑类	其他
建筑	100	100	50	50	—	100	20	50	50
室内装饰装修	100	50	50	50	—	50	20	50	50
鞋和箱包	—	50	50	—	—	—	20	50	50
卫材、服装与纤维加工	—	50	50	—	—	—	—	50	50
纸加工及书本装订	—	50	50	—	—	—	—	50	50
交通运输	100	100	50	50	200	100	20	50	50
装配业	100	100	50	50	200	100	20	50	50
包装	100	50	50	—	—	—	—	50	50
其他	100	50	50	50	200	50	20	50	50
注 1: MS 指以硅烷改性聚合物为主体材料的胶粘剂。									
注 2: 热塑类指热塑性聚烯烃或热塑性橡胶。									

6 试验方法

6.1 取样

胶粘剂产品取样按 GB/T 20740 的规定进行。

6.2 VOC 含量的测定

6.2.1 溶剂型胶粘剂 VOC 含量的测定按附录 A 进行。

6.2.2 水基型胶粘剂 VOC 含量按附录 D 的规定进行测定。

6.2.3 本体型胶粘剂 VOC 含量按附录 E 的规定进行测定。

6.2.4 α -氰基丙烯酸乙酯瞬间胶粘剂 VOC 含量按 HG/T 2492—2018 中附录 B 规定的方法进行测定。

6.2.5 VOC 含量也可以根据胶粘剂的成分进行计算,当无法计算或者计算和测量结果不符合时,以测量结果为准。

7 检验规则

7.1 检验项目

7.1.1 本标准所列的全部要求均为型式检验项目。

7.1.2 在正常生产情况下,每年至少进行一次型式检验。

7.1.3 有下列情况之一时,应进行型式检验:

- 新产品最初定型时;
- 产品异地生产时;
- 生产配方、工艺、关键原材料来源有较大改变时;
- 停产 3 个月后又恢复生产时。

7.2 产品抽样

在同一批产品中随机抽取 3 份样品,每份不少于 0.5 kg。

7.3 结果判定

在抽取的 3 份样品中,取 1 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要求时,应对余下 2 个样品进行复验。如复验结果合格,则判定为合格,如仍有 1 个样品未达到本标准要求时,则判定为不合格。

8 包装标志

按本标准检验合格的胶粘剂产品,应在包装或产品文件上明示产品符合本标准。



附录 A

(规范性附录)

溶剂型胶粘剂 VOC 含量的测定

A.1 概述

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,测定胶粘剂挥发物量。用气相色谱法测定其中低光化学反应化合物的含量,用卡尔·费休法或气相色谱法测定胶粘剂中的含水量,将胶粘剂挥发物量扣除其中的含水量和丙酮、乙酸甲酯和碳酸二甲酯的量,得出胶粘剂中 VOC 含量。

A.2 测试步骤

A.2.1 通则

所有试验进行两次平行测定。

A.2.2 密度

按胶粘剂产品明示的配比要求,制备混合试样,搅拌均匀后,按 GB/T 13354 规定的方法测定试样密度,试验温度: $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

A.2.3 试样的挥发物量

A.2.3.1 单组分试样

按 GB/T 2793 规定的方法测定试样的不挥发物量。

A.2.3.2 多组分试样

按胶粘剂产品明示的配比要求,取混合试样约 2 g,迅速搅拌均匀后,5 min 之内按 GB/T 2793 规定的方法测定试样的不挥发物量。

A.2.3.3 试样的挥发物量

试样的挥发物量按式(A.1)计算:

$$w_H = 1 - w_B \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

w_H ——试样的挥发物质量分数,单位为克每克(g/g);

w_B ——试样的不挥发物质量分数,单位为克每克(g/g)。

A.2.4 含水量

按附录 B 规定进行测定。

A.2.5 丙酮、乙酸甲酯和碳酸二甲酯量

按附录 C 规定进行测定。

A.2.6 VOC 含量

溶剂型胶粘剂 VOC 含量计算按式(A.2)进行。

$$\rho_{\text{VOC}} = (w_{\text{H}} - w_{\text{H}_2\text{O}} - w_{\text{C}}) \times \rho_s \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

式中：

ρ_{VOC} ——胶粘剂试样中 VOC 含量，单位为克每升(g/L)；

w_{H} ——试样的挥发物量的质量分数，单位为克每克(g/g)；

$w_{\text{H}_2\text{O}}$ ——试样含水量的质量分数，单位为克每克(g/g)；

w_{C} ——试样中丙酮、乙酸甲酯和碳酸二甲酯的质量分数，单位为克每克(g/g)；

ρ_s ——试样在 23 ℃时的密度，单位为克每毫升(g/mL)；

1 000 ——转换因子。

附录 B
(规范性附录)
胶粘剂中含水量的测定

B.1 概述

胶粘剂中含水量采用气相色谱法或卡尔·费休法进行测定,气相色谱法为仲裁方法。

B.2 气相色谱法**B.2.1 试剂和材料**

B.2.1.1 蒸馏水:符合 GB/T 6682 中三级水的要求。

B.2.1.2 稀释溶剂:无水 *N,N*-二甲基甲酰胺(DMF),分析纯。

B.2.1.3 内标物:无水异丙醇,分析纯。

B.2.1.4 载气:氢气、氦气或氮气,纯度不小于 99.995%。

B.2.2 仪器

B.2.2.1 气相色谱仪:配有热导检测器及程序升温控制器。

B.2.2.2 色谱柱:柱长 1 m,外径 3.2 mm,填充 177 μm ~250 μm 的高分子多孔微球的不锈钢柱。(对于程序升温,柱的初始温度 80 $^{\circ}\text{C}$,保持时间 5 min,升温速率 30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$,终止温度 170 $^{\circ}\text{C}$,保持时间 5 min;对于恒温,柱温为 140 $^{\circ}\text{C}$,在异丙醇出峰完全后,把柱温调到 170 $^{\circ}\text{C}$,待 DMF 峰出完。若继续测试,再把柱温降到 140 $^{\circ}\text{C}$ 。)

B.2.2.3 记录仪。

B.2.2.4 进样器:微量注射器,10 μL 。

B.2.2.5 具塞玻璃瓶:10 mL。

B.2.2.6 天平:精度 0.1 mg。

B.2.3 试验步骤**B.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。用微量注射器取 1 μL 的标准混样,注入色谱仪,记录其色谱图。

按式(B.1)计算水的响应因子 *R*:

$$R = \frac{m_i A_{\text{H}_2\text{O}}}{m_{\text{H}_2\text{O}} A_i} \quad \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

式中:

R ——水的响应因子;

m_i ——异丙醇的质量,单位为克(g);

A_{H₂O} ——水的峰面积;

m_{H₂O} ——水的质量,单位为克(g);

A_i ——异丙醇的峰面积。

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,但不加水作为空白,记录空白液的水峰面积。

按式(B.2)计算水的响应因子 R :

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

式中:

- R ——水的响应因子;
 m_i ——异丙醇的质量,单位为克(g);
 A_{H_2O} ——水的峰面积;
 B ——空白液中水的峰面积;
 m_{H_2O} ——水的质量,单位为克(g);
 A_i ——异丙醇的峰面积。

B.2.3.2 含水量测定

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 -二甲基甲酰胺作为空白样。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(B.3)计算试样中水的质量分数 w_{H_2O} :

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

式中:

- w_{H_2O} ——胶粘剂试样中水的质量分数,单位为克每克(g/g);
 A_{H_2O} ——水的峰面积;
 B ——空白中水峰面积;
 m_i ——异丙醇的质量,单位为克(g);
 A_i ——异丙醇的峰面积;
 m_s ——胶粘剂试样的质量,单位为克(g);
 R ——响应因子。

平行测定两次,保留三位有效数字。

B.3 卡尔·费休法



B.3.1 仪器设备

- B.3.1.1 卡尔·费休水分测定仪。
 B.3.1.2 天平:精度 0.1 mg。
 B.3.1.3 微量注射器:10 μ L。
 B.3.1.4 滴瓶:30 mL。
 B.3.1.5 磁力搅拌器。
 B.3.1.6 烧杯:100 mL。
 B.3.1.7 培养皿。

B.3.2 试剂

- B.3.2.1 蒸馏水:符合 GB/T 6682 中三级水的要求。

B.3.2.2 卡尔·费休试剂:选用合适的试剂(对于不含醛酮化合物的试样,试剂主要成分为碘、二氧化硫、甲醇、有机碱。对于含有醛酮化合物的试样,应使用醛酮专用试剂,试剂主要成分为碘、咪唑、二氧化硫、2-甲氧基乙醇、2-氯乙醇和三氯甲烷)。

B.3.3 试验步骤

B.3.3.1 卡尔·费休滴定剂的浓度标定

在滴定仪的滴定杯中加入新鲜卡尔·费休溶剂至液面覆盖电极端头,以卡尔·费休滴定剂滴定至终点(漂移值 $<10 \mu\text{g}/\text{min}$)。用微量注射器将 $10 \mu\text{L}$ 蒸馏水注入滴定杯中,采用减量法称得水的质量(精确至 0.1 mg),并将该质量输入到滴定仪中,用卡尔·费休滴定剂滴定至终点,记录仪器显示的标定结果。

进行重复标定,直至相邻两次的标定值相差小于 $0.01 \text{ mg}/\text{mL}$,求出两次标定的平均值,将标定结果输入到滴定仪中。

当检测环境的相对湿度小于 70% 时,应每周标定一次;相对湿度大于 70% 时,应每周标定两次;必要时,随时标定。

B.3.3.2 样品处理

若待测样品黏度较大,在卡尔·费休溶剂中不能很好分散,则需要将样品进行适量稀释。在烧杯中称取经搅拌均匀后的样品 20 g (精确至 1 mg),然后向烧杯内加入约 20% 的蒸馏水,准确记录称样量及加水量。将烧杯盖上培养皿,在磁力搅拌器上搅拌 $10 \text{ min} \sim 15 \text{ min}$ 。然后将稀释样品倒入滴瓶中备用。

注:对于在卡尔·费休溶剂中能很好分散的样品,可直接测试样品中的水分含量。对于加水 20% 后,在卡尔·费休溶剂中仍不能很好分散的样品,可逐步增加稀释水量。

B.3.3.3 含水量的测试

在滴定仪的滴定杯中加入新鲜卡尔·费休溶剂至液面覆盖电极端头,以卡尔·费休滴定剂滴定至终点。向滴定杯中加入 1 滴按 B.3.3.2 处理后的样品,采用减量法称得加入的样品质量(精确至 0.1 mg),并将该样品质量输入到滴定仪中。用卡尔·费休滴定剂滴定至终点,记录仪器显示的测试结果。

平行测试两次,测试结果取平均值。两次测试结果的相对偏差小于 1.5% 。

测试 3 次~6 次后应及时更换滴定杯中的卡尔·费休溶剂。

B.3.3.4 数据处理

试样经稀释处理后测得的实际含水量按式(B.4)计算:

$$w_{\text{H}_2\text{O}} = \frac{w'_{\text{H}_2\text{O}} \times (m_s + m_{\text{H}_2\text{O}}) - m_{\text{H}_2\text{O}}}{m_s} \quad \dots\dots\dots (\text{B.4})$$

式中:

$w_{\text{H}_2\text{O}}$ ——胶粘剂试样中实际含水量(质量分数),单位为克每克(g/g);

$w'_{\text{H}_2\text{O}}$ ——测得的稀释样品的含水量(质量分数)的平均值;

m_s ——稀释时所称样品的质量,单位为克(g);

$m_{\text{H}_2\text{O}}$ ——稀释时所加水的质量,单位为克(g)。

计算结果保留 3 位有效数字。

附录 C

(规范性附录)

丙酮、乙酸甲酯和碳酸二甲酯量的测定

C.1 原理

试样经稀释后直接注入气相色谱仪中,经色谱柱分离后,用氢火焰离子化检测器检测,以内标法定量。

C.2 材料和试剂

C.2.1 载气:氮气,纯度 $\geq 99.995\%$ 。

C.2.2 燃气:氢气,纯度 $\geq 99.995\%$ 。

C.2.3 助燃气:空气。

C.2.4 辅助气体(隔垫吹扫和尾吹气):与载气具有相同性质的氮气。

C.2.5 内标物:试样中不存在的化合物,且该化合物能够与色谱图上其他成分完全分离,纯度至少为 99%或已知纯度。例如:正庚烷、正戊烷等。

C.2.6 校准化合物:丙酮、乙酸甲酯、碳酸二甲酯,纯度至少为 99%或已知纯度。

C.2.7 稀释溶剂:用于稀释试样的有机溶剂(不含有任何干扰测试的物质),纯度至少为 99%或已知纯度。例如:乙酸乙酯、正己烷等。

C.3 仪器设备

C.3.1 气相色谱仪,具有以下配置:

- 分流装置的进样口,并且汽化室的内衬可更换;
- 程序升温控制器;
- 检测器,火焰离子化检测器;
- 色谱柱,应能使被测物足够分离。如聚二甲基硅氧烷毛细管柱、6%腈丙苯基和 94%聚二甲基硅氧烷毛细管柱、聚乙二醇毛细管柱或相当型号。

C.3.2 进样器:容量至少是进样量的两倍。

C.3.3 试样瓶:约 10 mL 的玻璃瓶,具有可密封的瓶盖。

C.3.4 天平:精度 0.1 mg。

C.4 气相色谱条件

气相色谱条件如下:

- 色谱柱:聚二甲基硅氧烷毛细管柱,30 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 1 μ m;
- 进样口温度:240 $^{\circ}$ C;
- 检测器温度:280 $^{\circ}$ C;
- 柱温:初始温度 50 $^{\circ}$ C 保持 5 min,然后以 10 $^{\circ}$ C/min 升至 280 $^{\circ}$ C 保持 5 min;
- 载气流速:1.0 mL/min;
- 燃气流速:40 mL/min;

- 助燃气流速:400 mL/min;
- 分流比:20:1;
- 进样量:1.0 μL 。

注:也可根据所用仪器的性能及待测试样的实际情况选择最佳的气相色谱测试条件。

C.5 测试步骤

C.5.1 通则

所有试验进行两次平行测定。

C.5.2 色谱仪参数优化

按 C.4 中的气相色谱测试条件,每次都应该使用已知的校准化合物对仪器进行最优化处理,使仪器的灵敏度、稳定性和分离效果处于最佳状态。

进样量和分流比应匹配,以免超出色谱柱的容量,并在仪器检测器的线性范围内。

C.5.3 定性分析

C.5.3.1 按 C.5.2 的规定使仪器参数最优化。

C.5.3.2 称取约 2 g 的样品,用适量的稀释剂稀释试样。用进样器取 1.0 μL 混合均匀的试样注入色谱仪,记录色谱图,与被测化合物标准样品的保留时间对比,确定是否存在被测化合物。

C.5.4 校准

C.5.4.1 校准样品的配制:在 5 mL 乙酸乙酯中分别加入 30 μL 丙酮、乙酸甲酯和正庚烷,密封试样瓶,摇匀。

C.5.4.2 相对校正因子的测试

按式(C.1)分别计算每种化合物的校正因子:

$$R_i = \frac{m_i \times A_{is}}{m_{is} \times A_i} \quad \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

- R_i ——化合物 i 的相对校正因子;
 - m_i ——校准混合物中化合物 i 的质量,单位为克(g);
 - A_{is} ——内标物的峰面积;
 - m_{is} ——校准混合物中内标物的质量,单位为克(g);
 - A_i ——化合物 i 的峰面积。
- R_i 值取两次测试结果的平均值。保留 3 位有效数字。

C.5.5 试样的测试

C.5.5.1 试样配制:称取 0.2 g 样品,置于 5 mL 乙酸乙酯溶剂的试样瓶中,加入 30 μL 的正庚烷,密闭摇匀。

C.5.5.2 按校准时的最优化条件设定仪器参数。

C.5.5.3 将标记物注入气相色谱仪中,记录保留时间。

将 1 μL 试样注入气相色谱仪中,记录色谱图并记录各种保留时间低于标记物的化合物峰面积(稀释剂除外),按式(C.2)分别计算试样中所含各化合物的质量分数:

$$w_i = \frac{m_{is} \times A_i \times R_i}{m_s \times A_{is}} \quad \dots\dots\dots (C.2)$$

式中：

w_i ——试样中被测化合物 i 的质量分数，单位为克每克(g/g)；

m_{is} ——内标物的质量，单位为克(g)；

A_i ——化合物 i 的峰面积；

R_i ——被测化合物 i 的相对校正因子；

m_s ——试样质量，单位为克(g)；

A_{is} ——内标物的峰面积。

w_i 值取两次测试结果的平均值。



附录 D (规范性附录)

水基型胶粘剂 VOC 含量的测定

D.1 概述

本附录规定了水基型胶粘剂 VOC 含量的测定方法。

D.2 原理

胶粘剂样品经稀释后,通过气相色谱分析技术使样品中各种挥发性有机化合物分离,定性鉴定被测挥发性有机化合物成分后,用内标法测定其含量。



D.3 材料和试剂

D.3.1 载气:氮气,纯度 $\geq 99.995\%$ 。

D.3.2 燃气:氢气,纯度 $\geq 99.995\%$ 。

D.3.3 助燃气:空气。

D.3.4 辅助气体(隔垫吹扫和尾吹气):与载气具有相同性质的氮气。

D.3.5 内标物:试样中不存在的化合物,且该化合物能够与色谱图上其他成分完全分离,纯度至少为 99%(质量分数)或已知纯度。例如:异丁醇、乙二醇单甲醚、乙二醇二甲醚、二乙二醇二甲醚、正十一烷、正十四烷等。

D.3.6 校准化合物:正己烷、庚烷、环己烷、环己酮、环己醇、乙酸戊酯、乙酸丁酯、苯、甲苯、乙苯、二甲苯、三乙胺、二甲基乙醇胺、2-氨基-2-甲基-1-丙醇等,纯度至少为 99%(质量分数)或已知纯度。

D.3.7 稀释溶剂:用于稀释试样的有机溶剂。不含有任何干扰测试的物质,纯度至少为 99%(质量分数)或已知纯度。例如:乙腈、甲醇或四氢呋喃、乙酸乙酯等溶剂等。

D.4 仪器和设备

气相色谱仪,配置如下:

a) 分流装置的进样口,其汽化室的内衬可更换;

b) 程序升温控制器;

c) 检测器可以使用下列三种检测器中的任意一种:

1) 火焰离子化检测器(FID);

2) 已校准并调谐的质谱仪或其他质量选择检测器;

3) 已校准的傅里叶变换红外光谱仪(FT-IR);

如果选用 2) 或 3) 检测器对分离出的组分进行定性鉴定,仪器应与气相色谱仪相连并根据仪器制造商的相关说明进行操作;

d) 色谱柱:应能使被测物足够分离,如聚二甲基硅氧烷毛细管柱、6%腈丙苯基和 94%聚二甲基硅氧烷毛细管柱、聚乙二醇毛细管柱或相当型号;

e) 进样器:微量注射器,10 μL ,容量至少为进样量的两倍;

f) 试样瓶:约 20 mL 的玻璃瓶,具有可密封的瓶盖;

- g) 天平:精度 0.1 mg。

D.5 气相色谱测试条件

D.5.1 色谱条件 1:

- a) 色谱柱(基本柱):6%腈丙苯基和 94%聚二甲基硅氧烷毛细管柱,60 m×0.32 mm×1.0 μm;
- b) 进样口温度:250 ℃;
- c) 检测器:FID,温度 260 ℃;
- d) 柱温:程序升温,初始温度 80 ℃保持 1 min,然后以 10 ℃/min 升至 230 ℃保持 15 min;
- e) 分流比:分流进样,分流比可调;
- f) 进样量:1.0 μL。

D.5.2 色谱条件 2:

- a) 色谱柱(确认柱):聚乙二醇毛细管柱,30 m×0.25 mm×0.25 μm;
- b) 进样口温度:240 ℃;
- c) 检测器:FID,温度 250 ℃;
- d) 柱温:程序升温,初始温度 60 ℃保持 1 min,然后以 20 ℃/min 升至 240 ℃保持 20 min;
- e) 分流比:分流进样,分流比可调;
- f) 进样量:1.0 μL。

D.6 试验步骤

D.6.1 通则

所有试验进行两次平行测定。多组分试样同 A.2.3.2。

D.6.2 密度测定

按 GB/T 13354 规定的方法进行。

D.6.3 色谱仪参数优化

按气相色谱条件,每次使用已知的校准化合物对其进行最优化处理,使仪器的灵敏度、稳定性和分离效果处于最佳状态。

D.6.4 定性分析

定性鉴定试样中有无 D.3.6 中的校准化合物。

优先选用 GC-MS 或 GC-(FT-IR),按给出的气相色谱测试条件测定。也可利用 GC-FID 和 D.4.d) 规定的色谱柱,按给出的气相色谱测试条件,分别记录校准化合物在两根色谱柱(所选择的两根柱子的极性差别应尽可能大,例如:6%腈丙苯基和 94%聚二甲基硅氧烷毛细管柱、聚乙二醇毛细管柱)上的色谱图,在相同的色谱测试条件下,对被测试样做出色谱图后对比定性。

D.6.5 校准

D.6.5.1 校准样品的配制

分别称取一定量(精确到 0.1 mg)鉴定出的各种校准化合物于配样瓶中,称取质量与待测试样中各自的含量在同一数量级;

再称取与待测化合物相同数量级的内标物于同一配样瓶中,用稀释溶剂稀释混合物,密封配样瓶并

摇匀。

D.6.5.2 相对校正因子的测定

在于测试试样相同的色谱测试条件下,优化仪器参数。将适当数量的校准化合物注入气相色谱仪中,记录色谱图按式(D.1)分别计算每种化合物的相对校正因子:

$$R_i = \frac{m_i \times A_{is}}{m_{is} \times A_i} \quad \text{.....(D.1)}$$

式中:

R_i ——化合物 i 的相对校正因子;

m_i ——校准混合物中化合物 i 的质量,单位为克(g);

A_{is} ——内标物的峰面积;

m_{is} ——校准混合物中内标物的质量,单位为克(g);

A_i ——化合物 i 的峰面积。

R_i 值取两次测试结果的平均值,测定结果保留三位有效数字。

若出现校准化合物之外的未知化合物色谱峰,则假设其相对于异丁醇的校正因子为 1.0。

D.6.6 试样的测试

D.6.6.1 称取搅拌均匀后的试样 1 g(精确至 0.1 mg)以及与被测物相同数量级的内标物于试样瓶中,加入 10 mL 稀释溶剂稀释试样,密封配样瓶并摇匀。

D.6.6.2 按校准时的最优化条件设定仪器参数。

D.6.6.3 将 1.0 μ L 试样溶液注入气相色谱仪中,记录色谱图,然后按式(D.2)分别计算试样中所含各种化合物的质量分数:

$$w_i = \frac{m_{is} \times A_i \times R_i}{m_s \times A_{is}} \quad \text{.....(D.2)}$$

式中:

w_i ——试样中被测化合物 i 的质量分数,单位为克每克(g/g);

m_{is} ——内标物的质量,单位为克(g);

A_i ——被测化合物 i 的峰面积;

R_i ——被测化合物 i 的相对校正因子;

m_s ——试样的质量,单位为克(g);

A_{is} ——内标物的峰面积。

w_i 值取两次测试结果的平均值。

D.7 水基型胶粘剂 VOC 含量

水基型胶粘剂 VOC 含量按式(D.3)计算:

$$\rho_{\text{VOC}} = \sum_{i=1}^n w_i \times \rho_s \times 1\,000 \quad \text{.....(D.3)}$$

式中:

ρ_{VOC} ——水基型胶粘剂试样的 VOC 含量,单位为克每升(g/L);

w_i ——测试试样中被测化合物 i 的质量分数,单位为克每克(g/g);

ρ_s ——试样样品在 23 $^{\circ}$ C 时的密度,单位为克每毫升(g/mL);

1 000 ——转换因子。

附录 E

(规范性附录)

本体型胶粘剂 VOC 含量的测定

E.1 概述

本附录规定了用烘箱法测定本体型胶粘剂 VOC 的含量。

E.2 原理

E.2.1 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,测定胶粘剂挥发物量。

E.2.2 对具有反应活性的本体型胶粘剂(如丙烯酸酯类等),则应给予规定(产品供应商提供)的反应时间,再同 E.2.1 测胶粘剂 VOC 含量。以免将反应活性单体计入 VOC 含量。

E.2.3 对热塑(或热固)性本体型胶粘剂,取样称量,按产品供应商提供的实际施胶(或硫化)条件操作后,再同 E.2.1 测胶粘剂 VOC 含量。

E.3 试验步骤

E.3.1 通则

所有试验进行两次平行测定。

E.3.2 试样的挥发物量

E.3.2.1 一般本体型胶粘剂挥发物量

同 A.2.3。

E.3.2.2 反应活性类本体型胶粘剂挥发物量

E.3.2.2.1 反应活性类本体型胶粘剂产品,取约 2 g 试样,按产品的固化条件固化后,按 GB/T 2793 规定的方法,测定试样的不挥发物量,同 A.2.3.3 计算挥发物含量。

E.3.2.2.2 常温固化的多组分反应活性类本体型胶粘剂按产品明示的配比要求,取约 2 g 混合试样,搅拌均匀,停放规定时间(24 h)后,按 GB/T 2793 规定的方法,测定试样的不挥发物量,同 A.2.3.3 计算挥发物含量。

E.3.2.3 热塑(或热固)性本体型胶粘剂

热塑性本体型胶粘剂(如热熔胶等)或热固性本体型胶粘剂,取约 2 g 试样,按产品供应商提供的实际施胶条件(或硫化)操作后,再按 GB/T 2793 规定的方法,测定试样的不挥发物量,同 A.2.3.3 计算挥发物含量。

E.3.3 本体型胶粘剂 VOC 含量

本体型胶粘剂 VOC 含量按式(E.1)计算:

$$w_{\text{VOC}} = w_{\text{H}} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (E.1)$$

式中:

w_{VOC} —— 本体型胶粘剂试样的 VOC 含量,单位为克每千克(g/kg);

w_{H} —— 试样挥发物量的质量分数,单位为克每克(g/g);

1 000 —— 转换因子。
