



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 33372—2016

---

## 胶粘剂挥发性有机化合物限量

Limit of volatile organic compound content in adhesives

2016-12-30 发布

2017-07-01 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

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
胶 粘 剂 挥 发 性 有 机 化 合 物 限 量  
GB/T 33372—2016

\*

中 国 标 准 出 版 社 出 版 发 行  
北 京 市 朝 阳 区 和 平 里 西 街 甲 2 号 (100029)  
北 京 市 西 城 区 三 里 河 北 街 16 号 (100045)

网 址 : [www.spc.org.cn](http://www.spc.org.cn)

服 务 热 线 : 400-168-0010

2017 年 1 月 第 一 版

\*

书 号 : 155066 · 1-55611

版 权 专 有 侵 权 必 究

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国胶粘剂标准化技术委员会(SAC/TC 185)归口。

本标准起草单位：上海橡胶制品研究所有限公司、中国胶粘剂工业协会、江苏黑松林粘合剂厂有限公司、上海出入境检验检疫局工业品与原材料检测技术中心。

本标准主要起草人：金卫星、杨栩、刘鹏凯、程欲晓、郭中宝、张建庆、沈雁。

## 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挥发性有机化合物含量的限定要求。

本标准适用于溶剂型、水基型和本体型胶粘剂中挥发性有机化合物含量的限定。

本标准将 VOC 含量的测定界定在大气中具有光化学反应活性的有机化合物(参见 ASTM D 3960)。

本标准不适用于下列胶粘剂和化合物：

——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；

——氰基丙烯酸酯胶粘剂。

本标准不适用于单包装小于 100 mL 的胶粘剂。

本标准不适用于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/T 20740 胶粘剂取样

GB 30982 建筑胶粘剂有害物质限量

### 3 术语和定义

GB/T 2943 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** **volatile organic compounds; VOC**

在所处环境的正常温度和压力下,能自然蒸发的任何有机液体或固体化合物。

#### 3.2

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

**VOC 含量**

规定条件下测得的胶粘剂中挥发性有机化合物的质量。

#### 3.3

**豁免化合物** **exempt organic compounds**

任何免于遵守本标准规定的挥发性有机化合物(VOC)含量所定义的含碳化合物。

注:本标准结合我国现状,丙酮和醋酸甲酯为豁免化合物。

#### 3.4

**室内地毯胶粘剂** **indoor carpet adhesives**

在铺设符合以下说明的地毯的过程中使用的胶粘剂;该地毯铺设于室内空间里,在正常使用时,不

会暴露在周围的天气情况下。

3.5

**地毯垫胶粘剂 carpet pad adhesives**

用作在地毯底下铺设地毯垫的胶粘剂。

3.6

**户外地毯胶粘剂 outdoor carpet adhesives**

在铺设符合以下说明的地毯的过程中使用的胶粘剂；该地毯并非铺设于室内空间里，在正常使用时，会暴露在周围的天气情况下。

3.7

**地板底板胶粘剂 subfloor adhesives**

用以在地板托梁上铺设地板底板材料的胶粘剂。

3.8

**木地板胶粘剂 wood flooring adhesives**

用于铺设木地板面板的胶粘剂，木地板面板可以为拼花板、厚板或条状板等形式。

3.9

**橡胶地板胶粘剂 rubber flooring adhesives**

用于铺设符合以下说明的地板材料的胶粘剂；地板材料的底部表面及顶部表面均由合成橡胶制成，形态为片张状或块状形式。

3.10

**VCT 及沥青砖胶粘剂 VCT and asphalt tile adhesives**

用于粘结 VCT 及沥青砖的胶粘剂。

注：VCT 是指乙烯基树脂复合面板。

3.11

**墙脚线胶粘剂 cove base adhesives**

在将一般由乙烯基或橡胶制成的墙脚线安装于与地板水平的墙面或垂直平面中使用的胶粘剂。

3.12

**瓷砖胶粘剂 ceramic tile adhesives**

用于安装瓷砖产品的胶粘剂。

3.13

**结构装配胶粘剂 structural glazing adhesives**

用于将玻璃、陶瓷、金属、石材或复合板粘贴于外部建筑结构的胶粘剂。

3.14

**单层屋顶薄膜胶粘剂 single-ply roof membrane adhesives**

用于铺设或维修单层屋顶薄膜的胶粘剂。

注：上述铺设包括（但不限于）将薄膜边附着于屋顶边，并向穿透薄膜而突出的通风槽或管道，施加防水材料。

3.15

**预制墙及面板胶粘剂 dry wall and panel adhesives**

用于将夹板、预制饰硬质板（或花砖板）、玻璃纤维增强塑料、类似的预制饰面板或无装饰面板，或石膏预制墙安装于立柱或固定表面上的胶粘剂。

3.16

**多用途建筑胶粘剂 multi-purpose construction adhesives**

用于安装、装设、铺设或修补各种建筑材料的胶粘剂。

注：包括（但不限于）预制墙板、地板底板、面板、玻璃纤维增强塑料、天花板片及隔音砖。

## 3.17

**接触胶粘剂 contact adhesives**

施用于两个分开的表面,待固化后借助外部压力联结该两个表面使其粘合及接合的胶粘剂。

## 3.18

**ABS 溶接胶粘剂 ABS welding adhesives**

用作溶解 ABS 表面,以在连合的表面之间形成接合的胶粘剂。

注:“ABS”指由丙烯腈、丁二烯和苯乙烯的经反应单体所组成的塑料,其产品通常以 ABS 标记作识别。

## 3.19

**塑胶溶接胶粘剂 plastic cement welding adhesives**

以树脂及溶剂制成,用作溶解塑料(ABS、CPVC 及 PVC 除外)表面,以在连合的表面之间形成接合的胶粘剂。

## 3.20

**PVC 溶接胶粘剂 PVC welding adhesives**

用作溶解 PVC 表面,以在连合的表面之间形成接合的胶粘剂。

注:“PVC”即聚氯乙烯,指氯含量为 57%的氯化乙烯基单体聚合而成的聚合物。

## 3.21

**CPVC 溶接胶粘剂 CPVC welding adhesives**

用作溶解 CPVC 表面,以在连合的表面之间形成接合的胶粘剂。

注:“CPVC”指氯化聚氯乙烯,属氯乙烯单体的聚合物,含 67%氯,其产品通常以 CPVC 标记作识别。

## 3.22

**木板材料胶粘剂 wood flat stock adhesives**

- a) 用于生产室内木面板及户外木墙板的胶粘剂;及
- b) 包括(但不限于)红杉木材、西洋杉木或夹板材料、夹板面板、木渣板、合成硬木板及任何其他用实木或含木产品制成的面板或墙板;但
- c) 不包括用于将玻璃纤维、金属或塑料张块与木面板作层叠粘合的胶粘剂。

## 3.23

**木质结构组件胶粘剂 structural wood member adhesives**

用以在木质托梁、桁架或横梁建构承重点的胶粘剂。

## 3.24

**纸张、布料及薄膜涂层胶粘剂 paper, fabric and film coating adhesives**

用于纸张涂层、布料涂层或薄膜涂层工序中的胶粘剂。

注:上述工序是指施用或固化一层胶粘剂于纸张、布料或薄膜基底上,以经过涂料生产线形成一薄膜,而该涂层生产线包括涂层涂抹器、加热或烘干焗炉、促干器及任何其他排放挥发性有机化合物的设备。

## 3.25

**橡胶薄层加衬作业胶粘剂 sheet-applied rubber lining operation adhesives**

在橡胶薄层加衬作业中使用的胶粘剂。

注:上述作业:

- a) 以手工将薄橡胶层铺设于金属或塑料基底,令基底免受腐蚀或磨损;及
- b) 包括将薄橡胶层与布料作层叠粘合。

## 3.26

**印艺胶粘剂 graphic arts adhesives**

用于凹版、凸版、柔性版或平版印刷作业、或用于相关的涂层或层叠粘合作业的胶粘剂。

注:例如将杂志、书籍或其他印刷物料装订或作层叠粘合。

3.27

**交通标志带粘合底胶 adhesive primers for traffic marking tape**

用于将有交通标志带设于其上的表面的粘合底胶。

3.28

**木料胶粘剂 adhesives for wood**

施用于木料基底,但不包括本标准表 1 中(I)和(II)已经列出的胶粘剂。

3.29

**金属胶粘剂 adhesives for metal**

施用于金属基底,但不包括本标准表 1 中(I)和(II)已经列出的胶粘剂。

3.30

**橡胶胶粘剂 adhesives for rubber**

施用于橡胶基底,但不包括本标准表 1 中(I)和(II)已经列出的胶粘剂。

3.31

**玻璃纤维胶粘剂 adhesives for glass fibre**

施用于玻璃纤维基底,但不包括本标准表 1 中(I)和(II)已经列出的胶粘剂。

3.32

**透气物料胶粘剂 adhesives for porous material**

施用于透气物料(木料及泡沫塑料除外)基底、但不包括本标准表 1 中(I)和(II)已经列出的胶粘剂。

3.33

**泡沫塑料胶粘剂 adhesives for plastic foams**

施用于泡沫塑料基底、但不包括本标准表 1 中(I)和(II)已经列出的胶粘剂。

4 要求

胶粘剂中挥发性有机化合物含量的限定值应符合表 1 的规定。

注:所考虑的化合物性质和数量取决于胶粘剂应用的领域,对于每一种应用领域,限量值以及测定或计算方法由规则规定或商定(参见 ISO 4618)。

表 1 胶粘剂挥发性有机化合物的限量值

序号	名称	限量值 <sup>a</sup> /(g/L)
(I) 建筑应用		
1	室内地毯胶粘剂	50
2	地毯垫胶粘剂	50
3	户外地毯胶粘剂	150
4	地板底板胶粘剂	50
5	木地板胶粘剂	100
6	橡胶地板胶粘剂	60
7	VCT 及沥青砖胶粘剂	50
8	墙脚线胶粘剂	50
9	瓷砖胶粘剂	65

表 1 (续)

序号	名称	限量值 <sup>a</sup> /(g/L)
10	结构装配胶粘剂	100
11	单层屋顶薄膜胶粘剂	250
12	预制墙及面板胶粘剂	50
13	多用途建筑胶粘剂	70
(II) 非建筑其他专业应用		
14	接触胶粘剂	250
15	ABS 溶接胶粘剂	325
16	塑胶溶接胶粘剂	250
17	PVC 溶接胶粘剂	510
18	CPVC 溶接胶粘剂	490
19	木板材料胶粘剂	250
20	木质结构组件胶粘剂	140
21	纸张、布料及薄膜涂层胶粘剂	265
22	橡胶薄层加衬作业胶粘剂	850
23	印艺胶粘剂	150
24	交通标志带粘合底胶	150
(III) 应用于特定材料(未列入于上述(I)及(II)组别,并施用于以下材料)		
25	木料胶粘剂	30
26	金属胶粘剂	30
27	橡胶胶粘剂	80
28	玻璃纤维胶粘剂	80
29	透气物料胶粘剂	50
30	泡沫塑料胶粘剂	50
<p>注 1: 如产品规定了稀释比例或产品由双组分或多组分组成时,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挥发性有机化合物含量的总量。</p> <p>注 2: 如胶粘剂产品明示用于以上多种材料的粘接,取各要求中的最高限量值。</p> <p>注 3: 如胶粘剂产品明示用于以上多种用途,取各要求中的最低限量值。</p>		
<p><sup>a</sup> 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、游离甲醛等含量应同时满足 GB 30982 中的规定。</p>		

## 5 试验方法

### 5.1 取样

产品取样按 GB/T 20740 的规定进行。



## 5.2 试验方法

5.2.1 溶剂型胶粘剂 VOC 含量的测定按附录 A 进行。测试结果的计算按 A.2.5 进行。其中水分含量的测定按附录 B 的规定进行,采用气相色谱法或卡尔·费休法进行测定。豁免化合物含量的测定按附录 C 规定的方法进行。

5.2.2 水基型胶粘剂 VOC 含量的测定按附录 D 的规定进行测定。

5.2.3 低溶剂或无溶剂型胶粘剂 VOC 含量按附录 E 的规定进行测定。

注:胶粘剂 VOC 含量也可以根据胶粘剂的成分进行计算。

## 6 检验规则

### 6.1 检验项目

6.1.1 本标准所列的全部要求均为型式检验项目。

6.1.2 在正常生产情况下,每年至少进行一次型式检验。

6.1.3 有下列情况之一时,应随时进行型式检验:

- 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。

### 6.2 取样方法

在同一批产品中随机抽取 3 份样品,每份不少于 0.5 kg。

### 6.3 试验结果的判断

在抽取的 3 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要求时,则判定为不合格。

## 7 包装标志

按本标准检验合格的胶粘剂产品,应在包装或者其他产品文件上标明本标准规定的挥发性有机化合物限量及胶粘剂实际挥发性有机化合物含量或上限值。

## 附录 A

## (规范性附录)

## 溶剂型胶粘剂挥发性有机化合物含量的测定

## 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豁免化合物的含量,用卡尔·费休法或气相色谱法测定胶粘剂中水分的含量,将胶粘剂挥发物量扣除其中的水分和豁免化合物的含量,得出胶粘剂中挥发性有机化合物的含量。

## 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±2)℃。

## A.2.3 试样的挥发物量

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 2793 规定的方法测定试样的不挥发物量。

试样的挥发物量由 1 减去试样的不挥发物量得出。

## A.2.4 水分含量

按附录 B 的规定进行测定。

## A.2.5 豁免化合物含量

按附录 C 的规定进行测定。

## A.2.6 挥发性有机化合物(VOC)含量

溶剂型胶粘剂挥发性有机化合物含量计算按式(A.1)进行:

$$\rho(\text{VOC}) = (w_{\text{挥}} - w_{\text{水}} - w_{\text{豁免}}) \times \rho_{\text{试}} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

$\rho(\text{VOC})$ ——试样中挥发性有机化合物(VOC)含量,单位为克每升(g/L);

$w_{\text{挥}}$ ——试样挥发物量的质量分数;

$w_{\text{水}}$ ——试样水分含量的质量分数;

$w_{\text{豁免}}$ ——试样豁免化合物含量的质量分数;

$\rho_{\text{试}}$ ——试样密度,单位为克每毫升(g/mL);

1 000 ——转换因子。

附录 B  
(规范性附录)  
水分含量的测定

B.1 概述

本标准中的胶粘剂水分含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室温控制器。
- 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,柱温的初始温度 80 °C,保持时间 5 min,升温速率 30 °C/min,终止温度 170 °C,保持时间 5 min;对于恒温,柱温为 140 °C,在异丙醇出峰完全后,把柱温调到 170 °C,待 DMF 峰出完。若继续测试,再把柱温降到 140 °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*:

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

式中:

- R* ——水的响应因子;
- m<sub>i</sub>* ——异丙醇质量,单位为克(g);
- A<sub>H<sub>2</sub>O</sub>* ——水峰面积;
- m<sub>H<sub>2</sub>O</sub>* ——水的质量,单位为克(g);
- A<sub>i</sub>* ——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(B.2)计算水的响应因子  $R$  :

$$R = \frac{m_i(A_{\text{H}_2\text{O}} - B)}{m_{\text{H}_2\text{O}}A_i} \dots\dots\dots(\text{B.2})$$

式中:

- $R$  ——水的响应因子;
- $m_i$  ——异丙醇质量,单位为克(g);
- $A_{\text{H}_2\text{O}}$  ——水峰面积;
- $B$  ——空白中水的峰面积;
- $m_{\text{H}_2\text{O}}$  ——水的质量,单位为克(g);
- $A_i$  ——异丙醇峰面积。

### B.2.3.2 水分测定

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  $\mu\text{L}$  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  $w_{\text{水}}$  :

$$w_{\text{水}} = \frac{100 \times (A_{\text{H}_2\text{O}} - B)m_i}{A_i m_p R} \dots\dots\dots(\text{B.3})$$

式中:

- $w_{\text{水}}$  ——试样中水的质量分数;
- $A_{\text{H}_2\text{O}}$  ——水峰面积;
- $B$  ——空白中水峰面积;
- $m_i$  ——异丙醇质量,单位为克(g);
- $A_i$  ——异丙醇峰面积;
- $m_p$  ——试样质量,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  $\mu\text{L}$ 。
- 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 实验步骤**

**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  $0.1 \text{ mg}$ ),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  $20 \text{ g}$ (精确至  $1 \text{ mg}$ ),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 水分含量的测试**

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  $0.1 \text{ mg}$ ),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应小于  $1.5\%$ 。

测试  $3$  次 $\sim 6$  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**

样品经稀释处理后测得的水分含量按式(B.4)计算:

$$\omega_w = \frac{\omega'_w \times (m_s + m_w) - m_w \times 100}{m_s} \dots\dots\dots (\text{B.4})$$

式中:

- $\omega_w$  —— 样品中实际水分含量的质量分数;
- $\omega'_w$  —— 测得的稀释样品的水分含量的质量分数的平均值;
- $m_s$  —— 稀释时所称样品的质量,单位为克(g);
- $m_w$  —— 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)

## 豁免挥发性有机化合物含量的测定

## 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,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%晴丙基和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  $\mu$ 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剂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 被测化合物保留时间的测定: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:

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

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 乙酸乙酯溶液的试样瓶中,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。

C.5.5.4 将 1  $\mu\text{L}$  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:

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

式中:

$\omega_i$  ——试样中被测化合物  $i$  的质量分数;

$m_{is}$  ——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。

平行测试两次, $\omega_i$ 值取两次测试结果的平均值。



## 附录 D

(规范性附录)

## 水基型胶粘剂挥发性有机化合物含量的测定

## D.1 概述

本方法规定了水基型胶粘剂挥发性有机化合物含量的测定方法。

## 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后,用内标法测定其含量。注意,本标准中规定的豁免挥发性有机化合物含量不计入挥发性有机化合物含量。

## 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。

## 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 3 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  $\mu\text{L}$ 。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 $\times$ 0.32 mm $\times$ 1.0  $\mu\text{m}$ ;
- b) 进样口温度:250  $^{\circ}\text{C}$ ;
- c) 检测器:FID,温度:260  $^{\circ}\text{C}$ ;
- d) 柱温:程序升温,80  $^{\circ}\text{C}$ 保持 1 min,然后以 10  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升至 230  $^{\circ}\text{C}$ 保持 15 min;
- e) 分流比:分流进样,分流比可调;
- f) 进样量:1.0  $\mu\text{L}$ 。

### 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 $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$ ;
- b) 进样口温度:240  $^{\circ}\text{C}$ ;
- c) 检测器:FID,温度:250  $^{\circ}\text{C}$ ;
- d) 柱温:程序升温,60  $^{\circ}\text{C}$ 保持 1 min,然后以 20  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升至 240  $^{\circ}\text{C}$ 保持 20 min;
- e) 分流比:分流进样,分流比可调;
- f) 进样量:1.0  $\mu\text{L}$ 。

## D.6 试验步骤

### D.6.1 通则

所有试验进行两次平行测定。

### D.6.2 密度测定

按 GB/T 13354 规定的方法进行。

### D.6.3 水分测定

按附录 B 规定的要求进行测定。

### D.6.4 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.6.5 定性分析

定性鉴定试样中是否有 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.4d) 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.6.6 校准

D.6.6.1 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.6.6.2 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:

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

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 3 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.6.7 试样的测试

D.6.7.1 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.6.7.2 按校准时的最优化条件设定仪器参数。

D.6.7.3 将 1.0  $\mu$ 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:

$$\omega_i = \frac{m_{is} \times A_i \times R_i}{m_s \times A_{is}} \dots\dots\dots (D.2)$$

式中:

- $\omega_i$  ——试样中被测化合物  $i$  的质量分数, %;
- $m_{is}$  ——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。

平行测试两次,  $\omega_i$  值取两次测试结果的平均值。

D.7 水基型胶粘剂 VOC 含量

D.7.1 水基型胶粘剂 VOC 含量(扣水)

水基型胶粘剂 VOC 含量(扣水)的计算按式(D.3)计算:

$$\rho(\text{VOC}) = \frac{\sum_{i=1}^{i=n} w_i}{1 - \rho_s \times \frac{w_{\text{H}_2\text{O}}}{\rho_{\text{H}_2\text{O}}}} \times \rho_s \times 1\,000 \dots\dots\dots (\text{D.3})$$

式中：

$\rho(\text{VOC})$ ——水基型胶粘剂产品的 VOC 含量。单位为克每升(g/L)；

$w_i$  ——试样中被测化合物  $i$  的质量分数；

$\rho_s$  ——试样密度,单位为克每毫升(g/mL)；

$w_{\text{H}_2\text{O}}$  ——试样中水的质量分数；

$\rho_{\text{H}_2\text{O}}$  ——水的密度,单位为克每毫升(g/mL)；

1 000 ——转换因子。

#### D.7.2 水基型胶粘剂 VOC 含量(不扣水)

水基型胶粘剂 VOC 含量(不扣水)的计算按式(D.4)计算：

$$\rho(\text{VOC}) = \sum_{i=1}^{i=n} w_i \times \rho_s \times 1\,000 \dots\dots\dots (\text{D.4})$$

式中：

$\rho(\text{VOC})$ ——水基型胶粘剂产品的 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；

$\rho_s$  ——试样样品在 23 ℃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)

低溶剂或无溶剂型胶粘剂挥发性有机化合物含量的测定

E.1 概述

本方法规定了低溶剂或无溶剂型胶粘剂挥发性有机化合物含量的测定方法。

低溶剂或无溶剂型胶粘剂挥发性有机化合物含量的测定可采用气相色谱法或烘箱法。气相色谱法为仲裁法。

E.2 原理

气相色谱法: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后,用内标法测定其含量。注意,本标准中规定的豁免挥发性有机化合物不计入挥发性有机化合物含量。

烘箱法: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豁免化合物的含量,将胶粘剂挥发物量扣除其中豁免化合物量,得出胶粘剂中挥发性有机化合物的含量。

E.3 气相色谱法

E.3.1 材料和试剂

同 D.3。

E.3.2 仪器和设备

同 D.4。

E.3.3 气相色谱测试条件

同 D.5。

E.3.4 试验步骤

E.3.4.1 密度测定

按 GB/T 13354 规定的方法进行。

E.3.4.2 色谱仪参数优化

同 D.6.4。

E.3.4.3 定性分析

同 D.6.5。

**E.3.4.4 校准**

同 D.6.6。

**E.3.4.5 相对校正因子的测定**

同 D.6.6.2。

**E.3.5 低溶剂或无溶剂型胶粘剂 VOC 含量**

低溶剂或无溶剂型胶粘剂 VOC 含量的计算按式(E.1)计算：

$$\rho(\text{VOC}) = \sum_{i=1}^{i=n} w_i \times \rho_s \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (\text{E.1})$$

式中：

$\rho(\text{VOC})$ ——无溶剂型胶粘剂产品的 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；

$\rho_s$  ——试样样品在 23 ℃时的密度,单位为克每毫升(g/mL)；

1 000 ——转换因子。

**E.4 烘箱法****E.4.1 试验步骤**

所有试验进行两次平行测定。

**E.4.2 密度**

按 GB/T 13354 规定的方法进行。

**E.4.3 试样的挥发份量**

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 2793 规定的方法测定试样的不挥发物量。

试样的挥发物量由 1 减去试样的不挥发量得出。

**E.4.4 豁免化合物含量**

按附录 C 规定进行测定。

**E.4.5 低溶剂或无溶剂型胶粘剂 VOC 含量**

低溶剂或无溶剂型胶粘剂 VOC 含量计算按式(E.2)计算：

$$\rho(\text{VOC}) = (w_{\text{挥}} - w_{\text{豁免}}) \times \rho_{\text{试}} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (\text{E.2})$$

式中：

$\rho(\text{VOC})$ ——试样中挥发性有机化合物(VOC)含量,单位为克每升(g/L)；

$w_{\text{挥}}$  ——试样挥发物量的质量分数；

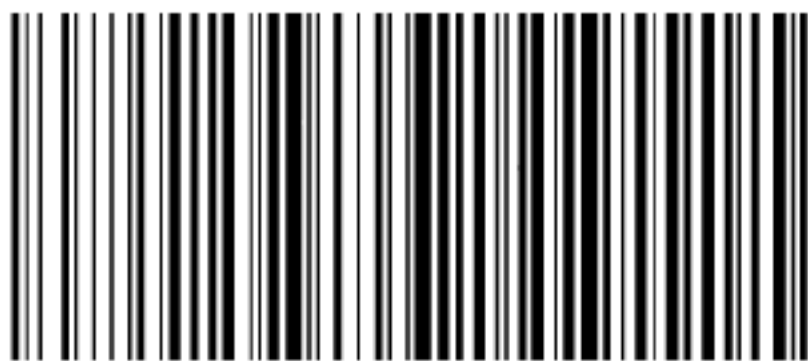
$w_{\text{豁免}}$  ——试样豁免化合物含量的质量分数；

$\rho_{\text{试}}$  ——试样密度,单位为克每毫升(g/mL)；

1 000 ——转换因子。

参 考 文 献

- [1] ISO 4618 色漆和清漆 术语和定义(Paints and varnishes—Terms and definitions)
- [2] ASTM D 3960 色漆和有关涂料中挥发性有机化合物(VOC)含量的测定方法[Standard Practice for Determining Volatile Organic Compound(VOC)Content of Paints and Related Coatings]
- 



GB/T 33372-2016

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-55611