



中华人民共和国国家标准

GB/T 1747.2—2008/ISO 14680-2:2000
代替 GB/T 1747—1979

色漆和清漆 颜料含量的测定 第2部分:灰化法

Paints and varnishes—Determination of pigment content—
Part 2: Ashing method

(ISO 14680-2:2000, IDT)

2008-05-14 发布

2008-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 1747《色漆和清漆 颜料含量的测定》预计结构及其对应的国际标准：

- 第1部分：离心法(ISO 14680-1:2000)；
- 第2部分：灰化法(ISO 14680-2:2000)；
- 第3部分：过滤法(ISO 14680-3:2000)。

本部分为 GB/T 1747 的第2部分，本部分等同采用国际标准 ISO 14680-2:2000《色漆和清漆——颜料含量的测定——第2部分：灰化法》(英文版)。

本部分代替 GB/T 1747—1979《涂料灰分测定法》。

为便于使用，对于 ISO 14680-2:2000 做了下列编辑性修改：

——本部分删除了国际标准的前言。

本部分与前版 GB/T 1747—1979 的主要技术差异为：

前版未采标；

- 瓷坩埚由容量 50 mL 改为仅规定为高型；
- 预加热设备由煤气灯或喷灯改为干燥烘箱；
- 称取样品量由(5~10)g 改为约 2 g，并规定了称样量的精度；
- 增加了重复性和再现性的规定。

本部分由中国石油和化学工业协会提出。

本部分由全国涂料和颜料标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：中化建常州涂料化工研究院。

本部分主要起草人：吴璇。

本部分于 1979 年首次发布，本次为第一次修订。

色漆和清漆 颜料含量的测定

第2部分:灰化法

1 范围

GB/T 1747 的本部分是有关色漆、清漆及相关产品的取样和试验的系列标准之一。

本部分规定了使受试产品灰化来测定涂料中所含颜料含量的方法。本方法不适用于含有铝、有机颜料和/或染料、或用有机化合物处理的无机颜料的涂料,这些成分(可占颜料的约10%)在灰化过程中会发生变化。

由于许多颜料和体质颜料在规定的试验条件下其状态会发生变化,因此受试产品的实际颜料含量能否由本方法得到的表观颜料含量推导出来将取决于颜料的成分和选定的灰化温度。

本方法一般不适用于通过紫外固化的色漆和清漆或含有反应性稀释剂且需要特殊加热条件的色漆和清漆。

注:本方法也不适用于树脂部分含有机硅、磷等不能完全灰化的元素有机化合物涂料。

涂料的颜料含量也能用离心法或过滤法测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 1747 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

GB/T 3186 色漆、清漆和色漆与清漆用原材料 取样(GB/T 3186—2006,ISO 15528:2000,IDT)

GB/T 20777 色漆和清漆 试样的检查和制备(GB/T 20777—2006,ISO 1513:1992,IDT)

3 术语和定义

GB/T 1747 的本部分采用下列术语和定义。

3.1

用灰化法测定的颜料含量 pigment content determined by ashing

在规定条件下灰化后剩余物所占受试产品的质量比。

注:剩余物包括无机颜料、体质颜料和在试验条件下不挥发的该产品的其他固体成分,但是它们的状态可能已经改变。

4 原理

受试产品试样中溶剂蒸发后,剩余物在约 600℃ 到 900℃ 时灰化,或在有碳酸盐存在时于 450℃ 时灰化。碳酸盐的存在与否应由其他一些定性分析技术确定。由灼烧剩余物质量和试样质量计算颜料含量。

注:某些漆基在 450℃ 时不能完全灰化,在该温度下得到的结果重复性可能较差。

5 仪器

普通实验室仪器和玻璃器皿及下列仪器。

5.1 瓷坩埚:高型。

5.2 干燥烘箱:具有强制通风,精度 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。空气应水平流动。

警告:在使用 $(80\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 或更高温度时,有机溶剂能与空气形成可爆性混合物。因此在干燥烘箱中溶剂蒸气的浓度不允许超过爆炸极限是十分重要的。

对于仲裁试验,所有各方应使用相同设计的干燥烘箱。

5.3 坩埚钳。

5.4 马弗炉或快速燃烧炉。

5.5 分析天平:精确到 0.0001g 。

5.6 干燥器。

6 取样

按 GB/T 3186 的规定,取受试产品(或多涂层体系中的每个产品)的代表性样品。

按 GB/T 20777 的规定,检查和制备试验样品。

7 操作步骤

以一式两份样品进行试验。

将瓷坩埚(5.1)按第4章规定的温度在马弗炉或快速燃烧炉(5.4)中加热至恒重(m_1),在干燥器(5.6)中冷却后于其中称入约 2g 样品(m_2),精确至 0.0001g 。将该瓷坩埚置于 $(80\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 干燥烘箱(5.2)中加热,直至溶剂全部蒸出。从干燥烘箱中取出瓷坩埚,放入马弗炉或快速燃烧炉中加热至灰化温度(见第4章)。在大多数情况下,灰化会在 2h 后完成。将瓷坩埚放入干燥器中冷却至少 30min 。称量,精确至 0.0001g ,然后将其再放入马弗炉或快速燃烧炉中 15min 。在干燥器中冷却至室温,再次称量。重复这些操作直至恒重(m_3)。

注1:固体含量较低或颜填料含量很低的样品,为提高测试准确性,可适当增加称样量。

注2:含有高沸点溶剂或水性样品,可适当提高预加热温度,但加热过程中不能有样品溅出瓷坩埚。例如:水性漆预加热温度建议为 $(105\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 。

注3:马弗炉升温时应控制速度,升温过快时灰化产生的气体有可能将灰分带出坩埚。

8 结果的表示

用下式计算颜料含量,以质量分数(%)表示:

$$\text{颜料含量} = \frac{m_3 - m_1}{m_2} \times 100$$

式中:

m_3 ——瓷坩埚和剩余物的质量,单位为克(g);

m_1 ——瓷坩埚的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

如果两个结果(一式两份样品)之差大于 0.5% (相对于平均值),则重复进行第7章规定的程序。

计算两个有效结果(重复样品)的平均值,并将试验结果报告准确至 0.1% (质量分数)。

9 精密度

9.1 重复性 r

同一实验室中同一操作者对同一材料用标准试验方法在短的时间间隔内得到的两个单一结果(每个结果为一式两份样品的平均值)之差的绝对值低于 2% 时,可以认为有 95% 的置信水平。

9.2 再现性 R

不同实验室中不同操作者对同一材料用标准试验方法得到的两个单一结果(每个结果为一式两份

样品的平均值)之差的绝对值低于4%时,可以认为有95%的置信水平。

10 试验报告

试验报告至少应包括下列内容:

- a) 识别受试产品所必要的全部细节;
 - b) 注明本部分编号(GB/T 1747.2);
 - c) 所用的灰化温度;
 - d) 按第8章规定的试验结果,包括单个值和平均值;
 - e) 与规定的试验方法的任何不同之处;
 - f) 试验日期。
-