

ICS 87.040
G 50



中华人民共和国国家标准

GB/T 23991—2009

涂料中可溶性有害元素含量的测定

Determination of soluble harmful elements content of coatings

2009-06-02 发布

2010-02-01 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

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。
本标准起草单位：中海油常州涂料化工研究院。
本标准主要起草人：黄宁。



涂料中可溶性有害元素含量的测定

1 范围

本标准规定了涂料中可溶性有害元素(镉、砷、钡、镉、铬、铅、汞和硒)含量的测定方法。
本标准适用于各种涂料。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008, ISO 3696:1987, MOD)

3 原理

用 0.07 mol/L 盐酸溶液处理干燥后的涂膜,采用检出限适当的分析仪器定量测定试验溶液中可溶性元素的含量。

4 试剂

分析测试中仅使用确认为分析纯的试剂,所用水符合 GB/T 6682 中三级水的要求。

- 4.1 盐酸:约为 37%(质量分数),密度约为 1.18 g/mL。
- 4.2 盐酸溶液:0.07 mol/L。
- 4.3 盐酸溶液:约为 2 mol/L。
- 4.4 硝酸溶液:1:1(体积比)。
- 4.5 镉、砷、钡、镉、铬、铅、汞、硒标准储备溶液:浓度为 100 mg/L 或 1 000 mg/L。

5 仪器和设备

普通实验室仪器设备以及下列一些仪器设备。

- 5.1 检出限适当(见第 8 章)的分析仪器:如原子吸收光谱仪、电感耦合等离子体原子发射光谱仪等。
- 5.2 粉碎设备:粉碎机、剪刀等。
- 5.3 不锈钢金属筛:孔径 0.5 mm。
- 5.4 天平:精度 0.1 mg。
- 5.5 加热搅拌装置:该装置应能恒温在 $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ 并连续自动搅拌,搅拌子外层应为聚四氟乙烯或玻璃。也可使用能恒温在 $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的振荡水浴锅。
- 5.6 酸度计:精度为 $\pm 0.2\text{pH}$ 单位。
- 5.7 滤膜(适用于水溶液):孔径 0.45 μm 。
- 5.8 容量瓶:25 mL、50 mL、100 mL 等。
- 5.9 移液管:1 mL、2 mL、5 mL、10 mL、25 mL、50 mL 等。
- 5.10 系列化学容器:总容量为盐酸溶液(4.2)提取剂体积的 1.6 倍~5.0 倍。
- 5.11 玻璃板或聚四氟乙烯板。

所有的玻璃器皿、样品容器、搅拌子、玻璃板或聚四氟乙烯板等在使用前都需用硝酸溶液(4.4)浸泡 24 h,然后用水清洗并干燥。

6 试验步骤

6.1 涂膜的制备

将待测样品搅拌均匀。按产品明示的配比(稀释剂无须加入)混合各组分样品,搅拌均匀后,在玻璃板或聚四氟乙烯板(5.11)上制备厚度适宜的涂膜。在产品说明书规定的干燥条件下,待涂膜完全干燥[自干漆若烘干,温度不得超过(60±2)℃]后,取下涂膜,在室温下用粉碎设备(5.2)将其粉碎,并用不锈钢金属筛(5.3)过筛后待处理。

注1:对不能被粉碎的涂膜(如弹性或塑性涂膜),可用干净的剪刀(5.2)将涂膜尽可能剪碎,无须过筛直接进行样品处理。

注2:粉末状样品,直接进行样品处理。

6.2 样品处理

对制备的试样进行二次平行测试。

使用合适的化学容器(5.10),用合适的移液管(5.9)将相当于测试试样质量50倍,温度为(37±2)℃的盐酸溶液(4.2)与测试试样混合。在搅拌装置(5.5)上搅拌1min后,用酸度计(5.6)测其酸度。如果pH值>1.5,一边搅拌混合液,一边逐滴加入盐酸溶液(4.3)[如果测试试样含有大量碳酸盐类碱性化合物,可采用逐滴加入盐酸(4.1)]调节pH值在1.0~1.5之间。将混合物避光,再在(37±2)℃下连续搅拌1h,然后在(37±2)℃下放置1h。接着立即用滤膜(5.7)过滤。过滤后的滤液应避光保存并应在24h内完成元素分析测试。若滤液在进行元素分析测试前的保存时间超过24h,应使用盐酸(4.1)加以稳定,使保存的溶液浓度c(HCl)约为1mol/L。

注:在整个提取期间,应调节搅拌器的速度,以保持试样始终处于悬浮状态,同时应尽量避免溅出。

6.3 测试

按6.2制备的试验溶液采用检出限适当(见第8章)的分析仪器(5.1)测定可溶性有害元素的含量。

使用任一种分析仪器进行测定时,分析者都应按照仪器说明书或操作手册的规定对其进行操作和测试,并在试验报告中注明采用的分析仪器。

7 结果的计算

7.1 按式(1)分别计算试样中各种可溶性元素的含量:

$$\omega = \frac{(\rho - \rho_0)V \times F}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- ω——试样中可溶性元素的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- ρ——试验溶液的测定浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- ρ₀——空白溶液(4.2)的测定浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V——试验溶液的定容体积,单位为毫升(mL);
- F——试验溶液的稀释倍数;
- m——试样质量,单位为克(g)。

7.2 结果的校正

由于本测试方法精确度的原因,在考虑实验室之间测试结果时,需经校正得出最终的分析结果。即式(1)中的计算结果应减去该结果乘以表1中相应元素的分析校正系数的值,作为该元素最终的分析结果报出。

表1 各元素分析校正系数

元素	锑(Sb)	砷(As)	钡(Ba)	镉(Cd)	铬(Cr)	铅(Pb)	汞(Hg)	硒(Se)
分析校正系数/%	60	60	30	30	30	30	50	60

示例:铅的计算结果为120mg/kg,表1中铅的分析校正系数为30%,则最终分析结果=120-120×30%=84(mg/kg)。

8 测试方法的检出限

按上述分析方法测定可溶性元素含量,其检出限不应大于该元素限量(依据试验样品执行的相应标准或法规中规定的限量值)的十分之一。分析测试方法的检出限一般被认为是空白样测试值标准偏差的3倍,上述空白样测试值由实验室测定。

9 精密度

9.1 重复性

同一操作者二次测试结果的相对偏差小于20%。

9.2 再现性

不同试验室间测试结果的相对偏差小于33%。

中华人民共和国
国家标准
涂料中可溶性有害元素含量的测定

GB/T 23991—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

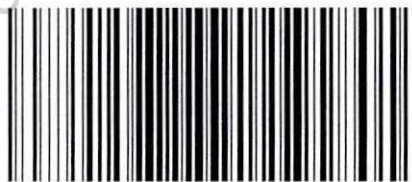
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 6 千字
2009年9月第一版 2009年9月第一次印刷

*

书号:155066·1-38581 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 23991—2009

打印日期:2009年10月10日