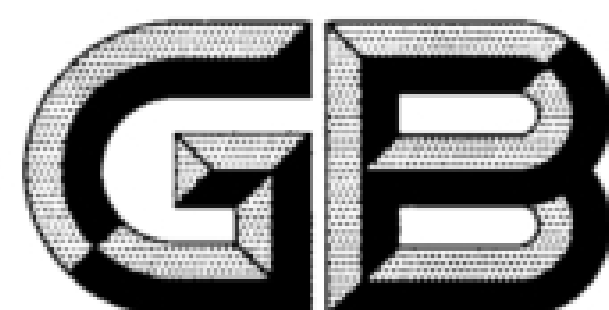




中华人民共和国国家标准

GB/T 30647—2014

涂料中有害元素总含量的测定

Determination of harmful elements total content of coatings

2014-12-31 发布

2015-07-01 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

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。

本标准由全国涂料和颜料标准化技术委员会(SAC/TC 5)归口。

本标准起草单位：中海油常州涂料化工研究院有限公司、广州合成材料研究院有限公司、展辰涂料集团股份有限公司、北京碧海舟腐蚀防护工业股份有限公司、深圳广田装饰集团股份有限公司、冶建新材料股份有限公司、海洋化工研究院有限公司、重庆三峡油漆股份有限公司。

本标准主要起草人：张永刚、黄宁、覃红阳、杨奇、李依璇、郭晓燕、史优良、李静、徐仲诚。

涂料中有害元素总含量的测定

1 范围

本标准规定了涂料中有害元素总含量的测试方法。

本标准适用于涂料中各种有害元素总含量的测定,包括但不限于例举的元素,如铅、镉、汞、铬、砷元素等。

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

干燥后的涂膜,选用干灰化法、湿酸消解法或微波消解法等适宜的方法除去所有的有机物质,再经溶解、过滤、定容处理后,采用合适的分析仪器[如原子吸收光谱仪(AAS)、电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)、电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)等]测定处理后试验溶液中待测元素的含量。

4 试剂和材料

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—2008 中三级水的要求。

4.1 硝酸:约为 65%(质量分数)。不应使用已经变黄的硝酸。

4.2 硝酸溶液:1:1(体积比)。

4.3 硝酸溶液:2:98(体积比)。

4.4 过氧化氢:约为 30%(质量分数)。

4.5 待测元素标准贮备液:浓度为 100 mg/L 或 1 000 mg/L。可按 GB/T 602 配制或直接购买有证标准溶液。

5 仪器设备

普通实验室仪器设备以及下列一些仪器设备。

5.1 合适的分析仪器(如原子吸收光谱仪、电感耦合等离子体发射光谱仪、电感耦合等离子体质谱仪等)。

5.2 粉碎设备:粉碎机、剪刀或其他合适的粉碎设备。

5.3 烘箱:温度可控,精度:±2℃。

5.4 马弗炉:温度能控制在(475±25)℃。

5.5 电热板:温度可控。

- 5.6 微波消解仪:可以密闭消解,具有温控装置。
- 5.7 分析天平:精度 0.1 mg。
- 5.8 坩埚:50 mL。
- 5.9 容量瓶:50 mL、100 mL 等。
- 5.10 烧杯:50 mL、100 mL 等。
- 5.11 移液管:1 mL、2 mL、5 mL、10 mL 等。
- 5.12 玻璃板或聚四氟乙烯板:尺寸为 150 mm×100 mm。
- 5.13 滤膜(适用于水溶液):孔径为 0.45 μm。

所有的玻璃器皿、样品容器、玻璃板或聚四氟乙烯板等在使用前都需用硝酸溶液(见 4.2)浸泡 24 h,然后用水彻底清洗并干燥。

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(稀释剂无需加入)制备混合试样,搅拌均匀后,在玻璃板或聚四氟乙烯板(见 5.12)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 $(60\pm 2)^{\circ}\text{C}$]后,取下涂膜,在室温下用粉碎设备(见 5.2)将其粉碎,使涂膜的尺寸小于 5 mm。

注 1:对不能被粉碎机粉碎的涂膜(如弹性、塑性涂膜),用干净的剪刀将涂膜剪碎,使涂膜的尺寸小于 5 mm。

注 2:粉末状样品,直接进行试验溶液的制备。

注 3:对不能成膜的样品,干燥后直接进行试验溶液的制备。

6.2 试验溶液的制备

6.2.1 总则

6.2.1.1 本标准提供了下列三种试验溶液的制备方法,实验室可根据条件选用其中一种。

6.2.1.2 采用下列方法消解样品时,也可根据样品的实际状况确定适宜的消解条件,确保试样中的有机化合物全部被除去,而待测元素全部溶出。如果处理后的样品有残渣,残渣应采用适当的测量手段[如 X 荧光光谱仪(XRF)]进行检测,确保无待测元素存在。否则,应改变消解条件使待测元素完全溶出。

6.2.1.3 测定易挥发有害元素(如汞、砷等)时,不能采用干灰化法和湿酸消解法,应选用微波消解法。

6.2.1.4 试验溶液应同时制备两份进行测试。

6.2.2 干灰化法

称取粉碎后的试样约 2 g(精确至 0.1 mg)放入坩埚(见 5.8)内。将坩埚置于通风橱内的电热板(见 5.5)上,逐渐升高电热板的温度(不超过 475°C)至样品被消解成一个焦块,且挥发的消解产物已被充分排出,只留下干的残渣。然后将坩埚放入 $(475\pm 25)^{\circ}\text{C}$ 的马弗炉内,保温直至完全灰化。

在灰化期间应供给足够的空气氧化,但不允许坩埚内的物质在任何阶段发生燃烧。

待盛有灰化物的坩埚冷却至室温后,加入 5 mL 硝酸(见 4.1),然后将坩埚内的溶液用滤膜(见 5.13)过滤并转移至 50 mL 容量瓶(见 5.9)中,用水冲洗坩埚和滤膜,所得到的溶液全部收集于同一容量瓶内,然后用水稀释至刻度。同时做试剂空白试验。

6.2.3 湿酸消解法

称取粉碎后的试样约 0.5 g~1 g(精确至 0.1 mg)置于 50 mL 烧杯(见 5.10)中,加入 7 mL 硝酸(见

4.1), 盖上表面皿, 在电热板(见 5.5)上加热使溶液保持微沸约 5 min~15 min 左右, 继续加热直至产生白烟, 但不能烧干。将烧杯从电热板上取下, 冷却约 5 min, 缓慢滴加 1 mL~2 mL 过氧化氢(见 4.4), 再次放至电热板上加热。重复三次, 至样品消解完全。每次加入后均需等反应平静后再加入。如果样品消解不完全, 取下稍冷, 再加入适量浓硝酸(见 4.1)和过氧化氢(见 4.4)1~2 次, 继续加热使样品消解完全。至残余溶液约 2 mL 左右时, 取下烧杯冷却至室温。用约 10 mL 水稀释, 用滤膜(见 5.13)过滤并转移至 50 mL 容量瓶(见 5.9)中。用水冲洗烧杯和滤膜, 所得到的溶液全部收集于同一容量瓶中, 用水稀释至刻度。同时做试剂空白试验。

6.2.4 微波消解法

称取粉碎后的试样约 0.1 g~0.2 g(精确至 0.1 mg)置于微波消解罐中, 分别加入 6 mL 硝酸(见 4.1), 1 mL~2 mL 过氧化氢(见 4.4)。待反应平稳, 将消解罐封闭, 放入微波消解仪(见 5.6)内, 设置合适的消解条件进行消解。消解结束后, 将消解罐冷却至室温, 打开消解罐, 将消解溶液用滤膜(见 5.13)过滤并转移至 50 mL 的容量瓶(见 5.9)中。用水冲洗消解罐内壁和内盖, 将洗涤液收集于同一容量瓶中, 同时用水冲洗滤膜, 所得到的溶液全部收集于同一容量瓶中, 用水稀释至刻度。同时做试剂空白试验。

6.3 测试

6.3.1 总则

按 6.2 制备的试验溶液采用合适的分析仪器(见 5.1)测定待测元素的含量。

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, 并在试验报告中注明采用的分析仪器。

6.3.2 标准工作溶液的配制

选用合适的容量瓶(见 5.9)和移液管(见 5.11), 用硝酸溶液(见 4.3)逐级稀释待测元素标准贮备液(见 4.5), 配制成可供仪器测试的系列标准工作溶液(可根据所使用的仪器及测试样品的情况确定标准工作溶液的浓度范围, 使其浓度与样品溶液中的浓度相当)。

6.3.3 校准曲线的建立

调节仪器, 将按 6.3.2 配制的标准工作溶液依次导入测试仪器, 各类仪器会以各自的特征响应值与其对应浓度的关系建立校准曲线。校正曲线应至少包括 1 个空白样和 5 个标准工作溶液, 其线性回归曲线的相关系数应 ≥ 0.995 ; 否则应重新制作新的校准曲线。

6.3.4 试验溶液中待测元素含量的测定

将按 6.2 制备的试验溶液导入测试仪器, 各类仪器会根据校准曲线和试验溶液的特征响应值自动给出试验溶液中待测元素的浓度值。如果试验溶液中待测元素的浓度超出校准曲线的最高点, 则应对试验溶液用硝酸溶液(见 4.3)进行适当稀释后再测试。

7 结果的计算

按式(1)计算试样中待测元素的含量:

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

式中：

- w ——试样中待测元素含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- ρ ——试验溶液中的待测元素浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- ρ_0 ——空白溶液中的待测元素浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V ——试验溶液的体积,单位为毫升(mL);
- F ——试验溶液的稀释倍数;
- m ——称取的试样质量,单位为克(g)。

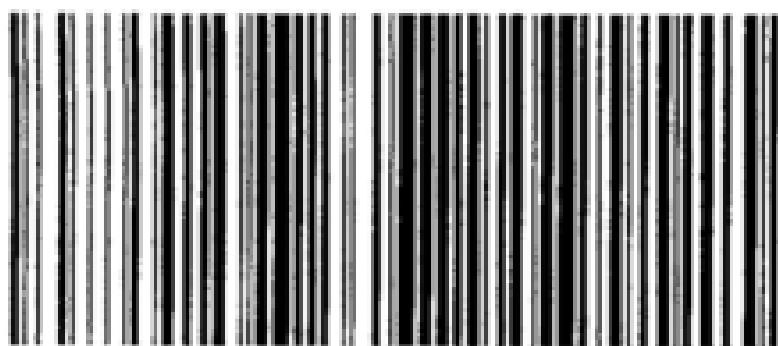
8 精密度

8.1 重复性

同一操作者两次测试结果的相对偏差应小于 10%。

8.2 再现性

不同试验室间测试结果的相对偏差应小于 20%。



GB/T 30647-2014

版权专有 侵权必究

*

书号:155066 · 1-50929

定价: 14.00 元