



中华人民共和国国家标准

GB/T 1725—2007/ISO 3251:2003

代替 GB/T 1725—1979(1989), GB/T 6740—1986, GB/T 6751—1986

色漆、清漆和塑料 不挥发物含量的测定

Paints, varnishes and plastics—
Determination of non-volatile-matter content

(ISO 3251:2003, IDT)

2007-09-11 发布

2008-04-01 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

本标准等同采用 ISO 3251:2003《色漆、清漆和塑料 不挥发物含量的测定》(英文版)。

本标准代替 GB/T 1725—1979(1989)《涂料固体含量测定法》、GB/T 6740—1986《漆料挥发物和不挥发物的测定》和 GB/T 6751—1986《色漆和清漆 挥发物和不挥发物的测定》。

本标准与 GB/T 1725—1979(1989)、GB/T 6740—1986 和 GB/T 6751—1986 的主要技术差异为：

——本标准将三个标准的内容合并，其适用范围还增加了聚合物分散体和缩聚树脂等。

——本标准规定了某些特殊样品的测试步骤，并规定了各种类别样品的试验参数。

——本标准规定了测试结果的误差范围。

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：中国化工建设总公司常州涂料化工研究院。

本标准主要起草人：周湘玲、黄宁。

GB/T 1725 于 1979 年首次发布，1989 年确认；GB/T 6740 于 1986 年首次发布；GB/T 6751 于 1986 年首次发布。三个标准本次均为第一次修订。

本标准委托全国涂料和颜料标准化技术委员会负责解释。

色漆、清漆和塑料 不挥发物含量的测定

1 范围

本标准规定了测定色漆、清漆、色漆与清漆用漆基、聚合物分散体和缩聚树脂如酚醛树脂(可熔酚醛、线型酚醛树脂溶液等)的不挥发物含量的方法。

本标准也适用于含有颜料、填料和其他助剂(如增稠助剂和成膜助剂)的分散体。本标准也能用于未增塑的聚合物分散体和胶乳,其不挥发剩余物(主要为聚合材料和少量助剂如乳化剂、保护胶体、稳定剂、作为成膜助剂加入的溶剂,特别是用于胶乳浓缩液中的防腐剂)在试验条件下应化学稳定。对可增塑的样品,不挥发剩余物通常包括增塑剂。

注1: 样品的不挥发物含量不是一个绝对量,取决于测定时采用的加热温度和时间。所以采用本方法时,由于溶剂的滞留、热分解和低分子量组分的挥发,使所得到的不挥发剩余物含量仅仅是相对值而非真值,因此本方法主要用于同类产品不同批次的测试。

注2: 本方法适用于合成胶乳,只要其加热时间合适(ISO 124 规定加热时 2 g 试样在相继两段加热时间内的质量损失应少于 0.5 mg)。

注3: 测定不挥发物的方法通常还包括采用红外线或微波辐射的干燥方式。由于这些方法不通用,对这些方法是不能进行标准化的规定。一些聚合物组分在此处理条件下会分解而得到错误的结果。

ISO 3233:1998 色漆和清漆 通过测量干涂层密度来测定不挥发物的体积分数,它规定了测定色漆、清漆及有关产品不挥发物的体积分数的方法。

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

GB/T 6753.4—1998 色漆和清漆 用流出杯测定流出时间(eqv ISO 2431:1993)

GB/T 8298—2001 浓缩天然胶乳 总固体含量的测定(eqv ISO 124:1997, Latex, rubber—Determination of total solids content)

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

ISO 123:2001 胶乳 取样

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

不挥发物 non-volatile matter

在规定的试验条件下,样品经挥发而得到的剩余物的质量分数。

4 仪器设备

普通实验室仪器和设备以及下列仪器设备。

4.1 适用于色漆、清漆、色漆与清漆用漆基和聚合物分散体

金属或玻璃的平底皿,直径为(75±5)mm,边缘高度至少为 5 mm。

经有关方商定也可以使用不同直径的皿,商定的皿的直径应在规定值的 $\pm 5\%$ 范围内。

注1:胶乳样品,建议使用带盖的皿。

注2:黏稠的聚合物分散体或乳液,建议使用约0.1 mm厚的铝箔。裁成可以对折的大小约为 $(70 \pm 10) \text{ mm} \times (120 \pm 10) \text{ mm}$ 的矩形,通过轻轻挤压对折的两部分而使黏稠液体完全铺开。

4.2 适用于液态交联树脂(酚醛树脂)

金属或玻璃的平底皿,底面的内径为 $(75 \pm 1) \text{ mm}$,边缘高度至少为5 mm。

也可以使用不同直径的皿,此时用式(1)计算用于试验的样品质量 m ,单位为克(g):

$$m = 3 \times \left(\frac{d}{75}\right)^2 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

d ——皿底的直径,单位为毫米(mm);

3——试验的标准样品量,单位为克(g);

75——皿的标准直径,单位为毫米(mm)。

4.3 烘箱

能在安全条件下进行试验。对于最高温度 150°C 的情况,能保持在规定或商定温度(见第7章)的 $\pm 2^\circ\text{C}$ 的范围内;对于温度在 $150^\circ\text{C} \sim 200^\circ\text{C}$ 的情况,能保持在规定或商定温度(见第7章)的 $\pm 3.5^\circ\text{C}$ 的范围内。烘箱应装有强制通风装置。酚醛树脂例外,此时可以使用在烘箱1/3高度的位置装有孔的金属搁板的能自然对流的烘箱。

警告:为了防止爆炸或起火,对于含有易燃挥发性物质的样品应小心处理。应按国家有关规定执行。

某些用途的样品,在真空条件下干燥更好。此时试验条件应商定或按GB/T 8298—2001规定的方法进行。仲裁试验,所有各方都应使用构造相同的烘箱。

4.4 分析天平

能准确称量至1 mg、0.1 mg。

4.5 干燥器

装有适宜的干燥剂,例如用氯化钴浸过的干燥硅胶。

5 取样

按GB/T 3186:2006的规定取色漆、清漆和色漆与清漆用漆基的代表性样品。按ISO 123的规定取聚合物分散体和胶乳样品的代表性样品。

按GB/T 20777—2006的规定,检查和制备色漆和清漆的试样。

6 试验步骤

进行两次平行测定。

除油和清洗皿(4.1或4.2)。

为了提高测量精度,建议在烘箱(4.3)中于规定或商定的温度下将皿干燥规定或商定的时间(见第7章)。然后放置在干燥器(4.5)中直至使用。

称量洁净干燥的皿的质量(m_0),称取待测样品(见第7章)(m_1)至皿中铺匀(全部称量精确至1 mg)。对高黏度样品(在剪切速率为 100 s^{-1} 时,黏度 $\eta \geq 500 \text{ mPa} \cdot \text{s}$,或按GB/T 6753.4—1998用6 mm的流出杯测得的流出时间 $t \geq 74 \text{ s}$)或结皮样品,用一个已称重的金属丝(如未涂漆的弯曲纸质回形针)将试样铺平。如有必要,可另加2 mL合适的溶剂。

用于色漆和清漆及其他用途(如研磨剂,摩擦衬片,铸造用粘合剂,制模材料)的缩聚树脂称取较多的试样量,因为这些用途的材料需采用较厚的涂层进行测试以便缩聚树脂的单体能发生交联反应。对

于比较试验,待测样品在皿中的涂层厚度应相同。因此皿的直径应为 (75 ± 1) mm,或按 4.2 中给出的公式进行计算。

注 1: 待测样品是否完全铺平及铺平的时间对不挥发物含量影响很大。如果待测样品由于黏度大等原因而未完全铺平,则表观不挥发物含量会增大。

为了提高测量精度,测试色漆、清漆和色漆与清漆用漆基时,建议另加 2 mL 易挥发的适宜的溶剂。建议在称量过程中,应盖住皿。

对于易挥发性的样品,建议将充分混匀的样品放入一个带塞的瓶中或放入可称重的吸管或 10 mL 的不带针头的注射器中,用减量法称取试样(精确至 1 mg)至皿中,并在皿底铺平。

如果加入溶剂,建议将盛有试样的皿于室温下放置(10~15) min。

水性体系例如聚合物分散体和胶乳加热时会溅出。这是因为表面会结皮,而结皮也会受到烘箱中的温度、空气流速以及相对湿度的影响,在这种情况下,皿中的材料层厚度要尽可能地薄。

称量完毕并加入稀释剂后,将皿转移至事先调节到规定或商定温度(见第 7 章)的烘箱中,保持规定或商定的加热时间(见第 7 章)。

加热时间结束后,将皿转移至干燥器中使之冷却至室温,或者放置在无灰尘的大气中冷却。

注 2: 不使用干燥器会影响方法的精密性。

称量皿和剩余物的质量(m_2),精确至 1 mg。

7 补充的试验条件

对于本标准中规定的试验方法的任何特殊的用途,除了上面章节中提到的内容外还需给出更详细的说明。

为使本试验方法能得以实施,如合适,应规定以下试验参数。

- 试验温度(见表 1 和表 2);
- 加热时间(见表 1 和表 2);
- 试样量(见表 1 和表 2)。

表 1 色漆、清漆、色漆与清漆用漆基和液态酚醛树脂的试验参数

加热时间 min	温度 ℃	试样量 g	产品类别示例
20	200	1 ± 0.1^a	粉末树脂
60	80	1 ± 0.1^a	硝酸纤维素,硝酸纤维素喷漆,多异氰酸酯树脂 ^b
60	105	1 ± 0.1^a	纤维素衍生物,纤维素漆,空气干燥型漆, 多异氰酸酯树脂 ^b
60	125	1 ± 0.1^a	合成树脂(包括多异氰酸酯树脂 ^b),烘烤漆, 丙烯酸树脂(首选条件)
60	150	1 ± 0.1^a	烘烤型底漆,丙烯酸树脂
30	180	1 ± 0.1^a	电泳漆
60	135 ^c	3 ± 0.5	液态酚醛树脂

^a 试样量经有关方商定可以不是 1 g。若是这种情况,建议试样量不要超过 (2 ± 0.2) g。对于含有沸点为 160℃~200℃溶剂的树脂,建议烘箱温度为 160℃。如有更高沸点的溶剂,试验条件应由有关方商定。

^b 试验参数根据待测的多异氰酸酯树脂各自的类型而定。

^c 可使用交替的温度,建议交替的温度为 120℃和 150℃。

表 2 聚合物分散体的试验参数

加热时间 min	温度 ℃	试样量 g	方法 ^a
120	80	1±0.2 ^b	A
60	105	1±0.2 ^b	B
60	125	1±0.2 ^b	C
30	140	1±0.2 ^b	D

^a 试验条件根据待测的聚合物分散体和乳液的类型而定,应选择有关方商定的条件。

^b 试样量经有关方商定可以不是 1 g,然而不能超过 2.5 g。试样量也可 0.2 g~0.4 g,精确至 0.1 mg。在这种情况下,试验时间可以减少(由待测分散体的类型而定),只要所得到的结果与本表中所给的条件下获得的结果相同。

8 结果的表示

用式(2)计算不挥发物的质量分数 w ,数值以 % 表示。

$$w = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- m_0 ——空皿的质量,单位为克(g);
- m_1 ——皿和试样的质量,单位为克(g);
- m_2 ——皿和剩余物的质量,单位为克(g)。

如果色漆、清漆和漆基的两个结果(两次测定)之差大于 2%(相对于平均值)或者聚合物分散体的两个结果之差大于 0.5%,例如 53.7%和 53.1%。则需按第 6 章所述的试验步骤重做。

计算两个有效结果(两次测定)的平均值,报告其试验结果,准确至 0.1%。

9 精密度

9.1 重复性限(r)

重复性限 r ,是指在重复性条件下,使用本试验方法所得到的两个单一试验结果(每个单一试验结果都是两次测定的平均值)的绝对差值低于该限值时,可预期其置信度为 95%。重复性条件是指在同一实验室,由同一操作者采用标准的试验方法,在短的时间间隔内对同一试样进行测试的条件。采用本试验方法:

- 对于色漆、清漆和漆基 r 为两个试验结果平均值的 2%。
- 对于聚合物分散体 r 为两个试验结果平均值的 0.6%。

9.2 再现性限(R)

再现性限 R ,是指在再现性条件下,使用本试验方法所得到的两个单一试验结果(每个单一试验结果都是两次测定的平均值)的绝对差值低于该限值时,可预期其置信度为 95%。再现性条件是指在不同实验室的操作者采用标准的试验方法对同一试样进行测试的条件。采用本试验方法:

- 对于色漆、清漆和漆基 R 为两个试验结果平均值的 4%。
- 对于聚合物分散体 R 为两个试验结果平均值的 1%。

10 试验报告

试验报告至少应包括以下内容：

- a) 本标准编号；
 - b) 识别待测样品所需的全部细节(厂商,商标名称,批号等)；
 - c) 皿的型号；
 - d) 烘箱的型号；
 - e) 烘箱的温度和加热时间；
 - f) 所加入的溶剂类型(若加入)；
 - g) 按第8章规定表示的试验结果；
 - h) 与规定的试验方法的任何不同之处；
 - i) 试验日期。
-