

ICS 87.040

G 50

备案号:37866—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3334—2012

代替 HG/T 3334—1977、HG/T 3335—1977、HG/T 3336—1977

HG/T 3337—1977、HG/T 3338—1977、HG/T 3339—1979

电泳涂料通用试验方法

General test methods for cataphoretic coatings

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部发布

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 电泳涂层的制备	1
4 测定方法	2
4.1 电泳涂料电导率	2
4.2 pH 值	2
4.3 电泳涂料泳透力	3
4.3.1 福特盒法	3
4.3.2 4 枚盒法	4
4.3.3 玻璃管法	5
4.3.4 钢管法 A	6
4.3.5 钢管法 B	8
4.4 电泳涂料库仑效率	9
4.5 电泳涂料沉积量	9
4.6 不挥发物	10
4.7 灰分	10
4.8 电泳涂料颜基比	11
4.9 沉淀性	11
4.10 筛余物	12
4.11 加热减量	12
4.12 Gel 分率	13
4.13 MEQ	13
4.13.1 MEQ 值的测定(以工作液表示)	13
4.13.2 MEQ 值的测定(以树脂表示)	14
4.14 L-效果	15
4.15 再溶性	15
4.16 击穿电压	15
4.17 固化性能	16
4.18 溶剂含量	16
 图 1 电泳装置	2
图 2 福特盒试验装置	3
图 3 4 枚盒试验装置	4
图 4 4 枚盒法的涂膜试板	5
图 5 玻璃管法试验装置	6
图 6 钢管法 A 试验装置	7
图 7 钢管法 B 试验装置	8

前　　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 HG/T 3334—1977《电泳漆漆膜制备法》、HG/T 3335—1977《电泳漆电导率测定法》、HG/T 3336—1977《电泳漆泳透力测定法》、HG/T 3337—1977《电泳漆库仑效率测定法》、HG/T 3338—1977《电泳漆沉积量测定法》、HG/T 3339—1979《电泳漆泳透力测定法》(钢管法)六项标准。与 HG/T 3334—1977、HG/T 3335—1977、HG/T 3336—1977、HG/T 3337—1977、HG/T 3338—1977、HG/T 3339—1979 相比,主要技术差异为:

- 本标准对 HG/T 3335—1977《电泳漆电导率测定法》等五项标准作了编辑性修改;
- 将稀释用水(电导率小于 $10 \mu\text{S}/\text{cm}$)改为三级水;
- 修改了马口铁板和钢板的处理方法(见 3.2,HG/T 3334—1977 中第 2 章);
- 将电泳涂层制备、泳透力测定时工作液温度从“(25±2) °C”改为“(30±2) °C(或商定温度)”(见 3.4、4.3.3、4.3.4);
- 修改了“电泳涂层的制备”方法(见第 3 章,HG/T 3334—1977);
- 删除了附录(见 HG/T 3335—1977);
- 增加了“pH 值”的测试方法(见 4.2);
- 增加了“福特盒法”(见 4.3.1);
- 增加了“4 枚盒法”(见 4.3.2);
- 增加了“钢管法 B”(见 4.3.5);
- 增加了“不挥发物”的测试方法(见 4.6);
- 增加了“灰分”测试方法(见 4.7);
- 增加了“电泳涂料颜基比”测试方法(见 4.8);
- 增加了“沉淀性”测试方法(见 4.9);
- 增加了“筛余物”测试方法(见 4.10);
- 增加了“加热减量”测试方法(见 4.11);
- 增加了“Gel 分率”测试方法(见 4.12);
- 增加了“MEQ”测试方法(见 4.13);
- 增加了“L-效果”测试方法(见 4.14);
- 增加了“再溶性”测试方法(见 4.15);
- 增加了“击穿电压”测试方法(见 4.16);
- 增加了“固化性能”测试方法(见 4.17);
- 增加了“溶剂含量”测试方法(见 4.18)。

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/TC5)归口。

本标准起草单位:中海油常州涂料化工研究院、奇瑞汽车股份有限公司、立邦涂料(中国)有限公司、浙江鱼童发达油漆制造有限公司、PPG 涂料(天津)有限公司、杜邦中国集团有限公司上海分公司、上海金利泰化工股份有限公司、嘉宝莉化工集团股份有限公司。

本标准主要起草人:陈刚、陈拯、梁亚斌、杨亚良、李冬梅、张立京、吴幼伟、林霞。

HG/T 3334—1977、HG/T 3335—1977、HG/T 3336—1977、HG/T 3337—1977、HG/T 3338—1977 为 1977 年首次发布,HG/T 3339—1979 为 1979 年首次发布,本次为第一次修订。

电泳涂料通用试验方法

1 范围

本标准规定了电泳涂料特有的试验方法。

本标准适用于阴极电泳涂料和阳极电泳涂料。

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,仅所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 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 1725—2007 色漆、清漆和塑料不挥发物含量的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9271—2008 色漆和清漆 标准试板

GB/T 23989—2009 涂料耐溶剂擦拭性测定法

3 电泳涂层的制备

3.1 电泳涂料工作液的制备

按照产品供应商提供的制备工艺制备电泳涂料工作液,制备用水应符合 GB/T 6682 规定的三级水。

3.2 底材和底材处理

底材的选择和处理应根据试验项目的要求进行。常用的底材有马口铁板、钢板和铝板等,其材质应符合 GB/T 9271—2008 的规定。底材处理方法:马口铁板的处理采用 200# 水砂纸蘸水打磨,彻底除去镀锡层;钢板和铝板的除油处理按 GB/T 9271—2008 中 3.4 进行;钢板的磷化处理按 GB/T 9271—2008 中 3.6 进行,磷化液等前处理试剂由双方商定;铝板的阳极氧化处理或化学转化膜处理由双方商定。

注:底材材质及处理方式也可商定。马口铁板打磨后、钢板和铝板处理后应尽快进行电泳制板。

3.3 仪器和材料

3.3.1 直流电源:0 V~350 V,电压波纹系数在 5 % 以内的恒定电压装置,含电极导线夹;

3.3.2 电泳槽:容量约 10 L,内径约 200 mm 的玻璃杯或塑料容器(容器大小可能影响电泳涂料涂膜的外观或性能,建议配制 10 L 左右工作液);

3.3.3 可调速电动搅拌机:搅拌头为不锈钢、玻璃或聚四氟乙烯等材质;

3.3.4 温度计:0 °C~50 °C,分度 0.5 °C;

3.3.5 试板:尺寸为 50 mm×120 mm×(0.2~0.3) mm 的马口铁板,70 mm×150 mm×(0.45~0.55) mm 的低碳钢板,70 mm×150 mm×(0.7~1.0) mm 的磷化钢板;70 mm×150 mm×(0.7~1.0) mm 的铝板,105 mm×190 mm×(0.7~0.8) mm 的 Bonder 板(型号为 26S 60OC),100 mm×300 mm×(0.7~0.8) mm 的 ACT 磷化板;

3.3.6 极板:面积为试板面积的 1/6~1/4 的不锈钢板,浸入工作液长度与试板浸入工作液长度相同(推荐使用牌号为 316 的不锈钢板);

3.3.7 电热鼓风恒温干燥箱:精度±2 °C;

3.3.8 恒温水浴:精度±2 °C。

HG/T 3334—2012

3.4 试板的制备

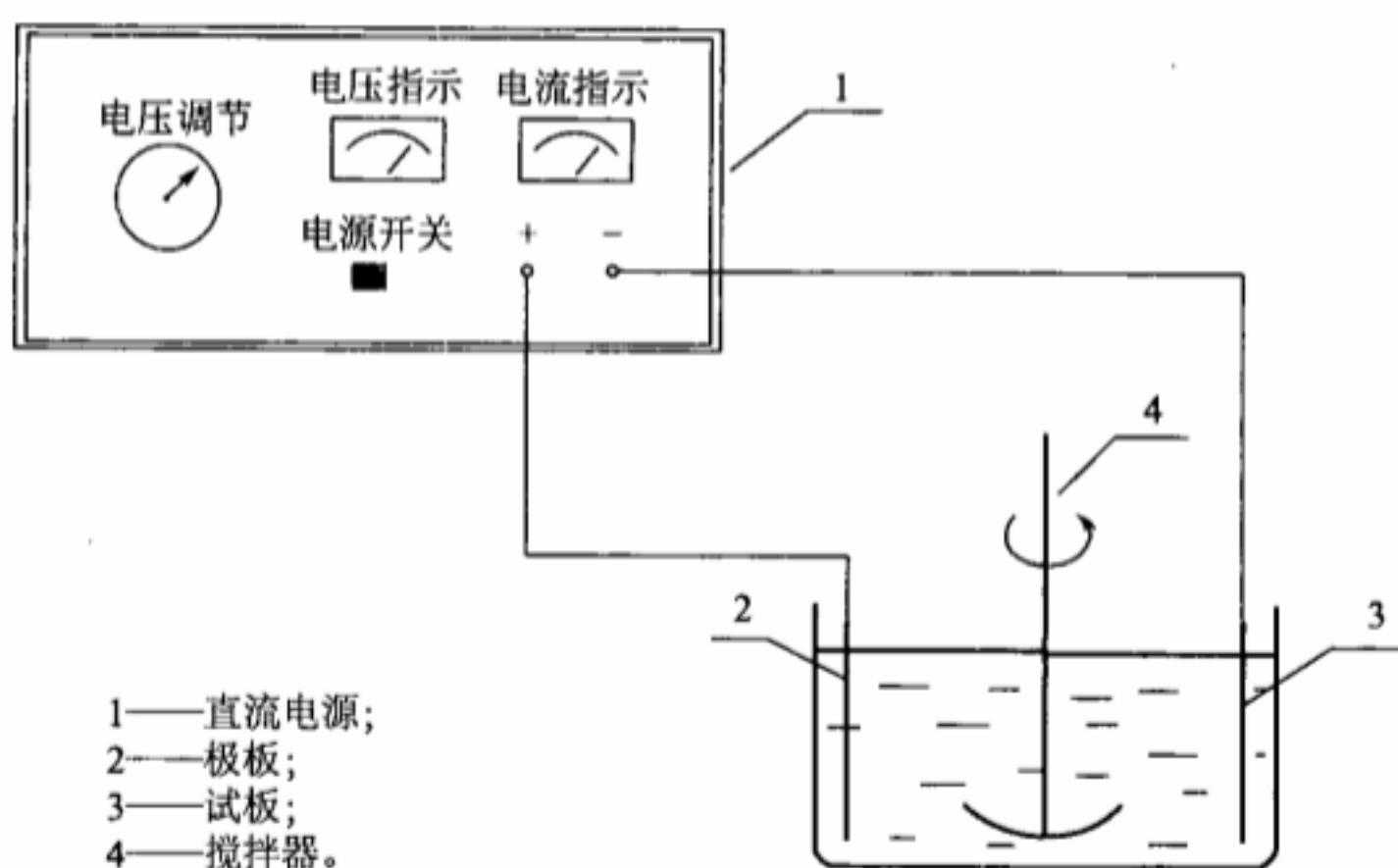


图 1 电泳装置

将工作液倒入带有搅拌器的电泳槽(图 1)中,用恒温水浴调整工作液的温度为(30 ± 2) °C(或商定温度);放入极板和试板,按图 1 连接好电路。极板和试板平行放置,两板之间的距离不小于 150 mm,距电泳槽底部不小于 10 mm。如果产品为阴极电泳涂料,直流电源的正极接极板,负极接试板;如果产品为阳极电泳涂料,直流电源的负极接极板,正极接试板。启动搅拌,调整转速至工作液能均匀搅动但不能有明显气泡,按照产品要求的参数进行电泳;电泳结束后,切断电源,取出试板,立即用自来水冲洗试板表面的浮漆至冲洗水清澈为止,再用去离子水对试板表面进行冲洗。冲洗后的试板晾干约 10 min,将其移入电热鼓风恒温干燥箱中按产品规定的固化条件进行干燥。

注: Bonder 板、ACT 板等磷化钢板先用去离子水冲洗,于(105 ± 2) °C下烘 5 min 后进行泳板。

4 测定方法

4.1 电泳涂料电导率

4.1.1 仪器和材料

4.1.1.1 电导率仪;

4.1.1.2 烧杯:容量 150 mL;

4.1.1.3 温度计:0 °C ~ 50 °C,分度 0.5 °C;

4.1.1.4 恒温水浴:精度 ± 2 °C。

4.1.2 操作过程

按电导率仪使用说明书的要求,安装调试电导率仪。取 100 mL 试液于烧杯中,在恒温水浴上使其恒温于(25 ± 0.5) °C。将按电导率仪使用说明书规定标定好的电导电极插入被测工作液中,按使用说明书的要求进行操作(电导率仪的电导电极常数调节旋钮,务必指向标定的电导电极常数值),读数。重复测定三次,取平均值,即为被测电泳涂料的电导率。平行测定的相对偏差应不大于 3 %,否则应重新测定。

注:乳液和色浆按产品的要求进行测试。

4.2 pH 值

4.2.1 仪器和材料

4.2.1.1 pH 计:精度 ± 0.01 ;

4.2.1.2 温度计:0 °C ~ 50 °C,分度 0.5 °C;

4.2.1.3 恒温水浴:精度 ± 2 °C;

4.2.1.4 烧杯:容量 100 mL。

4.2.2 操作过程

取约 100 mL 试液于烧杯中,在恒温水浴上使其恒温于(25±0.5) °C(或商定温度),用 pH 计进行测试。重复 2 次,取平均值。平行测定之差不得大于 0.1,否则应重新测定。

注:乳液和色浆按产品的要求进行测试。

4.3 电泳涂料泳透力

4.3.1 福特盒法

4.3.1.1 仪器和材料

4.3.1.1.1 试板:尺寸为(300~350) mm×105 mm×(0.7~1.0) mm 的磷化钢板;

4.3.1.1.2 隔条:尺寸为(300~350) mm×4 mm×10 mm 的 PVC 塑料条;

4.3.1.1.3 防水胶带:宽度为 20 mm 和 38 mm 两种;

4.3.1.1.4 电泳槽:材质为 PVC 塑料或商定内壁绝缘材质,内壁尺寸为 120 mm×200 mm×350 mm;

4.3.1.1.5 极板:材质为不锈钢板(推荐使用牌号为 316 的不锈钢板),浸入部分尺寸为 240 mm×42 mm,底端离电泳槽底(60±5) mm;

4.3.1.1.6 可调速电动搅拌机:搅拌头为不锈钢、玻璃或聚四氟乙烯材质;

4.3.1.1.7 直流电源:0 V~350 V,电压波纹系数在 5% 以内的恒定电压装置;

4.3.1.1.8 电热鼓风恒温干燥箱:精度±2 °C;

4.3.1.1.9 测厚仪:精度 0.1 μm;

4.3.1.1.10 福特盒试验装置:见图 2。

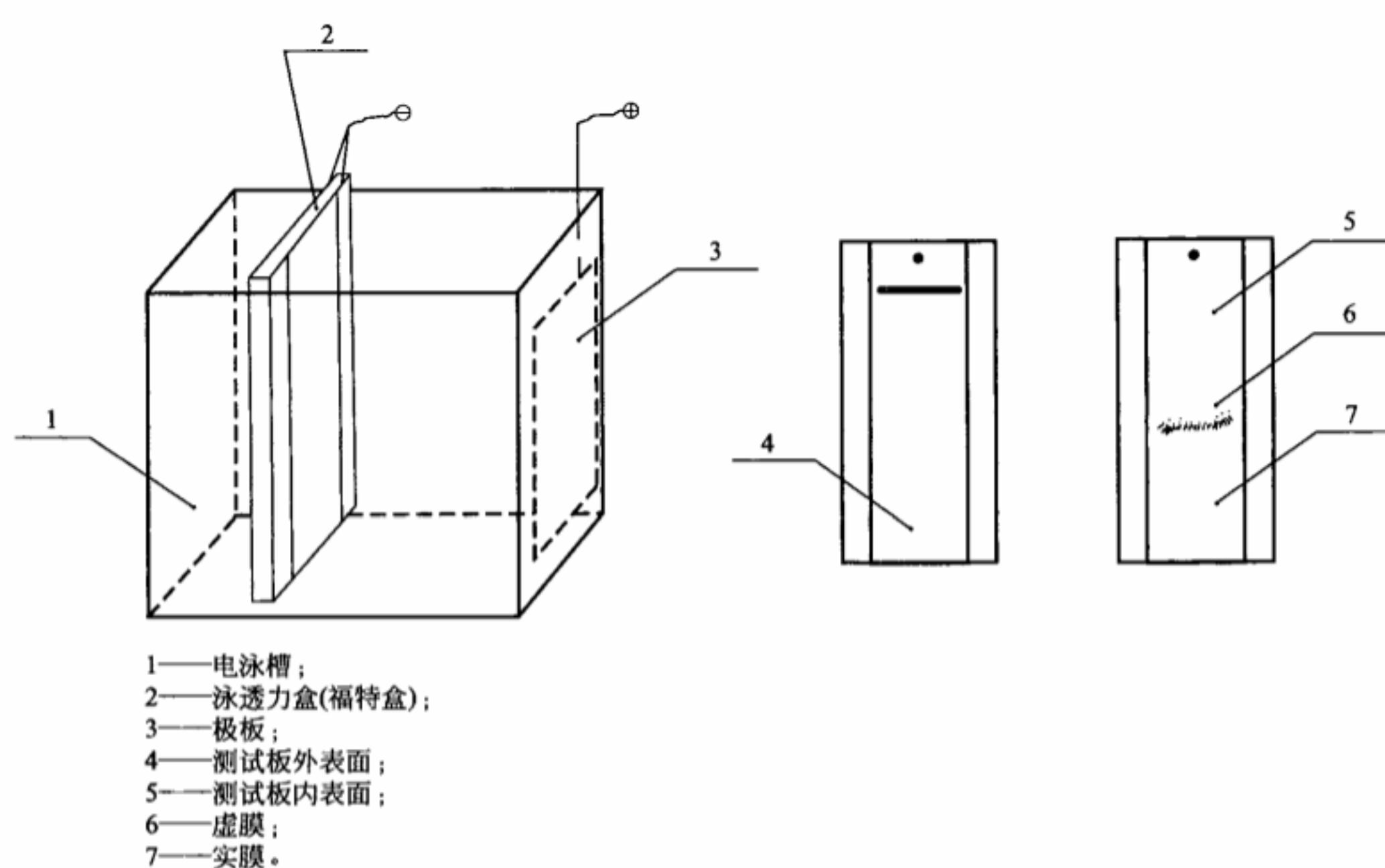


图 2 福特盒试验装置

4.3.1.2 操作过程

用宽 20 mm 胶带将试板的两条长边粘好,然后在试板两块间放两根隔条,隔条沿试板的长边边缘放置,使两块试板间距为 4 mm。用宽 38 mm 的胶带将试板两长边及其隔条分别固定,形成上下空、两边用胶带封闭的泳透力盒。

向福特盒试验装置中加入温度为(30±2) °C(或商定温度)的工作液。放入后工作液高度为 300 mm,使其底端离槽底(60±5) mm,与极板距离为(155±2) mm,极板紧靠电泳槽一侧(见图 2)。可以在测试板 240 mm 高度处做好记号,浸入工作液后使液面正好在记号处。

极板接直流电源正极,福特盒接电源负极,将搅拌头放置在极板和福特盒中间,开动搅拌(注意调节

HG/T 3334—2012

转速,工作液不能波动过大影响到外板漆膜高度)。将电压在 15 s 内从 0 V 匀速升至规定电压,电泳 3 min(或商定时间)后,断开电源。取出泳透力盒,撕去固定测试板两边的胶带,取出隔条。立即用自来水冲洗试板表面的浮漆至冲洗水清澈为止,再用去离子水对试板表面进行冲洗。冲洗后的试板晾干约 10 min,将其移入电热鼓风恒温干燥箱中,按产品规定的固化条件进行干燥。

注:泳透力测试时电流电压可为产品技术要求的电压,也可为试板正面涂膜(20 ± 2) μm 时的电压。

4.3.1.3 结果表示

从上向下测量每一块试板内表面涂膜厚度,找出 5 μm 涂膜厚度(不包括磷化膜的厚度)位置,测量其至底边的高度(mm),其数值即是电泳涂料的直观泳透力值。测试结果取两块板的平均值,同时注明相应的电压、电泳时间、工作液温度和正面涂膜厚度。

注:也可商定方法确定泳透力的高度。

4.3.2 4 枚盒法**4.3.2.1 仪器和材料**

4.3.2.1.1 试板:尺寸为 70 mm×150 mm×(0.7~1.0) mm 的磷化钢板;

4.3.2.1.2 极板:尺寸为 50 mm×150 mm×(0.7~1.0) mm 的不锈钢板(推荐使用牌号为 316 的不锈钢板),浸入工作液深度与 4 枚盒浸入工作液深度相同;

4.3.2.1.3 直流电源:0 V~350 V,电压波纹系数在 5 % 以内的恒定电压装置;

4.3.2.1.4 电热鼓风恒温干燥箱:精度 ± 2 °C;

4.3.2.1.5 测厚仪:精度 0.1 μm;

4.3.2.1.6 电泳槽:材质为 PVC 塑料或商定内壁绝缘材质,内壁尺寸为 230 mm×100 mm×180 mm;

4.3.2.1.7 4 枚盒试验装置:见图 3。

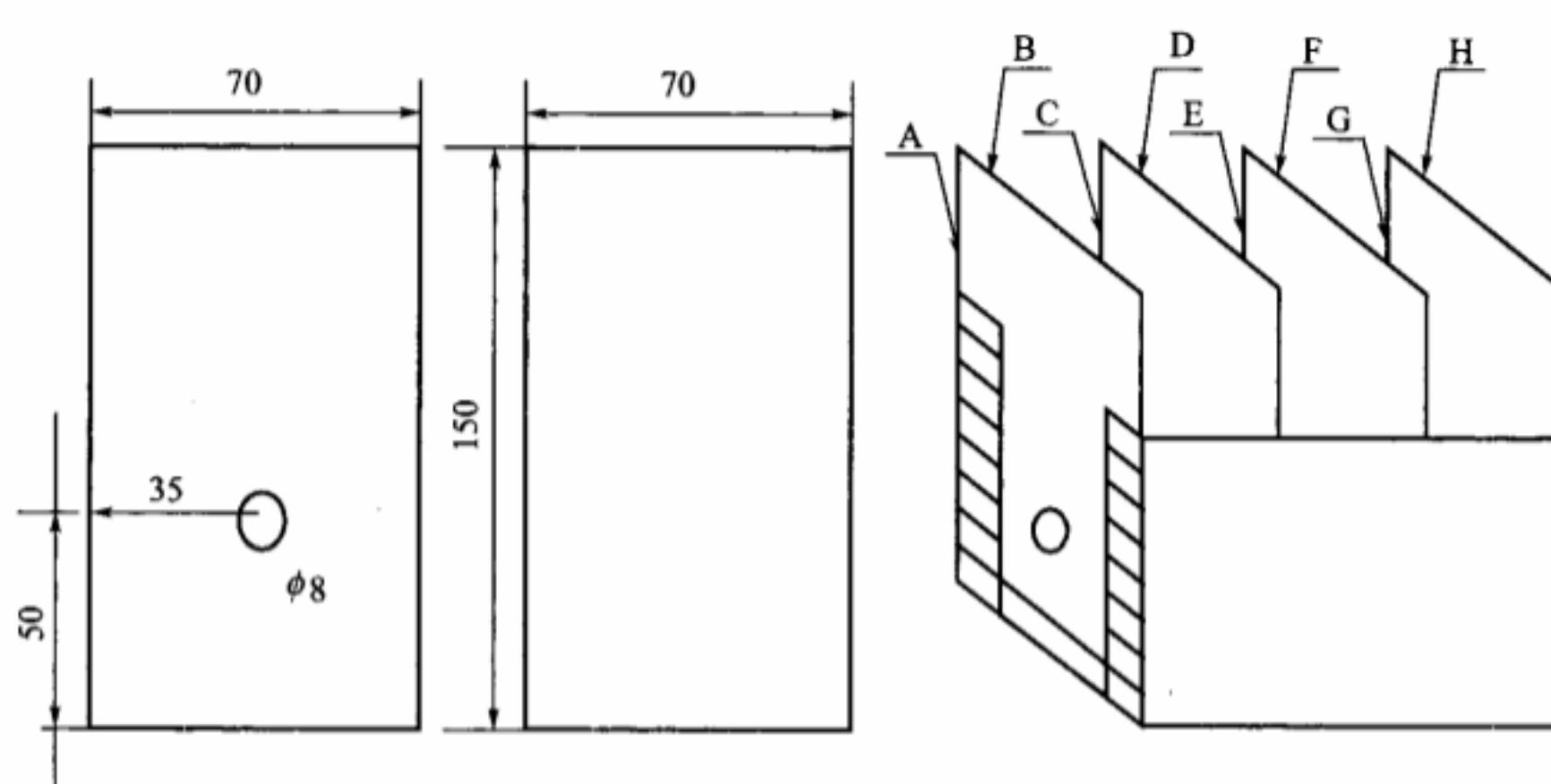


图 3 4 枚盒试验装置

4.3.2.2 操作过程

取 4 块试板,其中 3 块在距试板底端 50 mm 中心处钻 $\phi 8$ mm 的孔,按图 3 所示制成 4 枚盒。有关试板的固定方法及使用原料等没有特别规定。将 4 枚盒的每块试板两侧面及底面用胶布等绝缘体封住 10 mm,电泳时不要让涂料从涂装孔以外浸入。试板之间距离为 20 mm,试板的各涂装面按从左至右的顺序记为 A~H。将 4 枚盒放入电泳槽中,向电泳槽中加入已熟化好、搅拌均匀的工作液。调整工作液温度为(30 ± 2) °C(或商定温度),液面高度为 130 mm,4 枚盒浸入高度为 90 mm。挂好极板,试板 A 面正对极板,极板与试板 A 面距离不小于 150 mm,各试板之间用导线连接。极板接直流电源正极,4 枚盒接电源负极,电泳 3 min(或商定时间)。电泳涂装后将试验盒解体,取出试板,立即用自来水冲洗试板表面的浮漆至冲洗水清澈为止,再用去离子水对试板表面进行冲洗。冲洗后的试板晾干约 10 min,将其移入电热鼓风恒温干燥箱中,按产品规定的固化条件进行干燥。

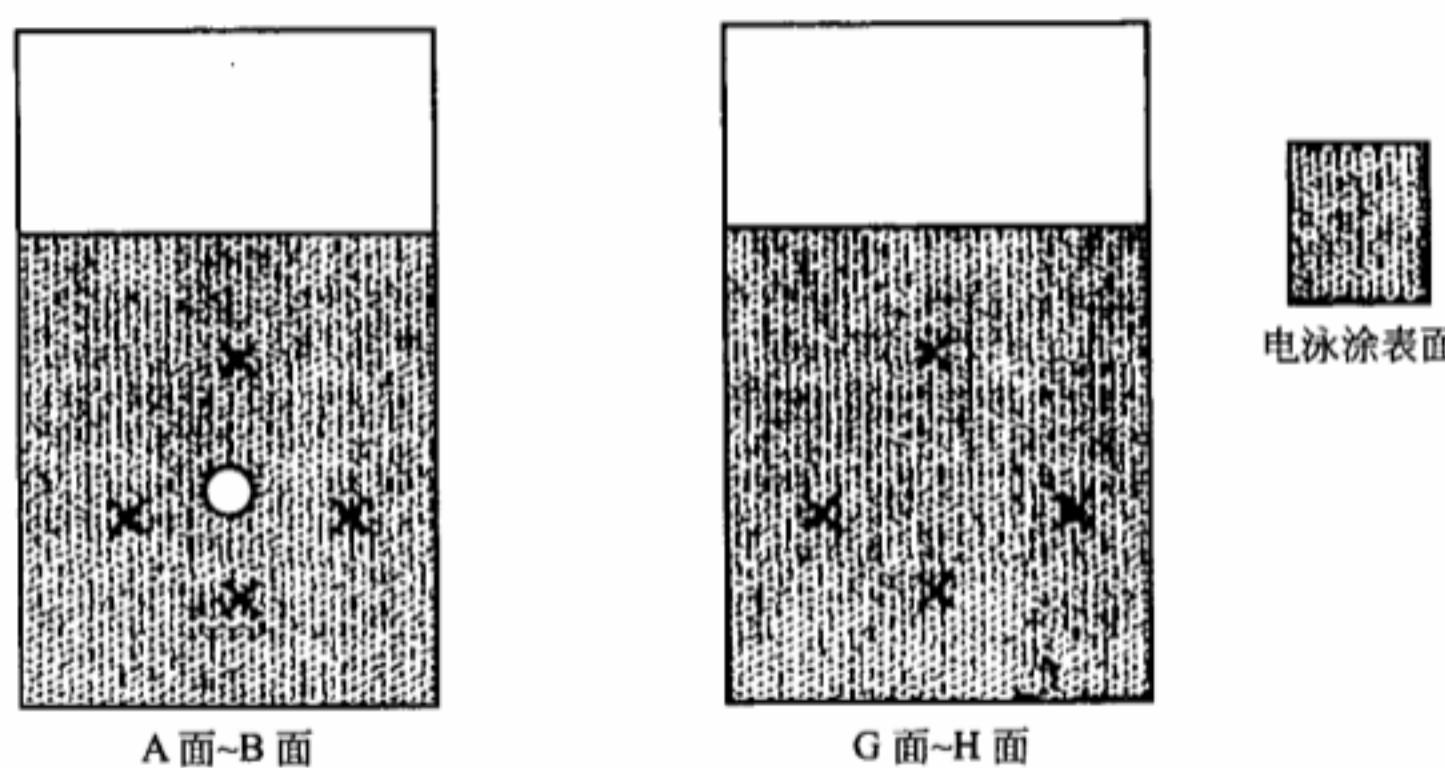


图 4 4 枚盒法的涂膜试板

4.3.2.3 结果表示

4 枚盒法测电泳涂料泳透力是测定各试板 A 面到 H 面的涂装膜厚作为评价对象。如图 4 所示, A 面~B 面:“×”印部 4 点是试板边缘到电泳涂装面中心距离的中点。G 面~H 面:“×”印部 4 点是试板边缘到电泳涂装面中心距离的中点, 测出 4 点的涂膜厚度取平均值。当 A 面膜厚达到(20 ± 2) μm 时, G 面膜厚越高, 也就是内外表面膜厚差越小, 表明该涂料的泳透力越好, 以 G/A 膜厚比值表示。

4.3.3 玻璃管法

4.3.3.1 仪器和材料

4.3.3.1.1 试板: 420 mm × (16 ± 0.3) mm × (0.2 ~ 0.3) mm 的马口铁板;

4.3.3.1.2 直流电源: 0 V ~ 350 V, 电压波纹系数在 5 % 以内的恒定电压装置;

4.3.3.1.3 电热鼓风恒温干燥箱: 精度 ± 2 °C;

4.3.3.1.4 秒表: 分度 0.2 s;

4.3.3.1.5 温度计: 0 °C ~ 50 °C, 分度 0.5 °C;

4.3.3.1.6 钢尺: 分度 1 mm;

4.3.3.1.7 烧杯: 容量 1 L;

4.3.3.1.8 极板: 高(48 ± 1) mm, 外径略小于电泳槽内径的上下无底的马口铁圆筒, 贴壁固定于电泳槽内, 极板上端与电泳槽的 300 mm 刻度线对齐, 并引出导线;

4.3.3.1.9 泳透力测定装置(见图 5): 由电泳槽、极板和玻璃管等组成。电泳槽为内径(60 ± 3) mm, 高(380 ± 3) mm 的玻璃圆筒, 在高 300 mm 处划有刻度线。电泳槽的上方配有橡皮塞, 橡皮塞中心装有内径(17 ± 0.2) mm、长(400 ± 1) mm 的玻璃管, 玻璃管下端距槽底(20 ± 0.5) mm, 橡皮塞上应开有温度计插孔及导线引出孔。

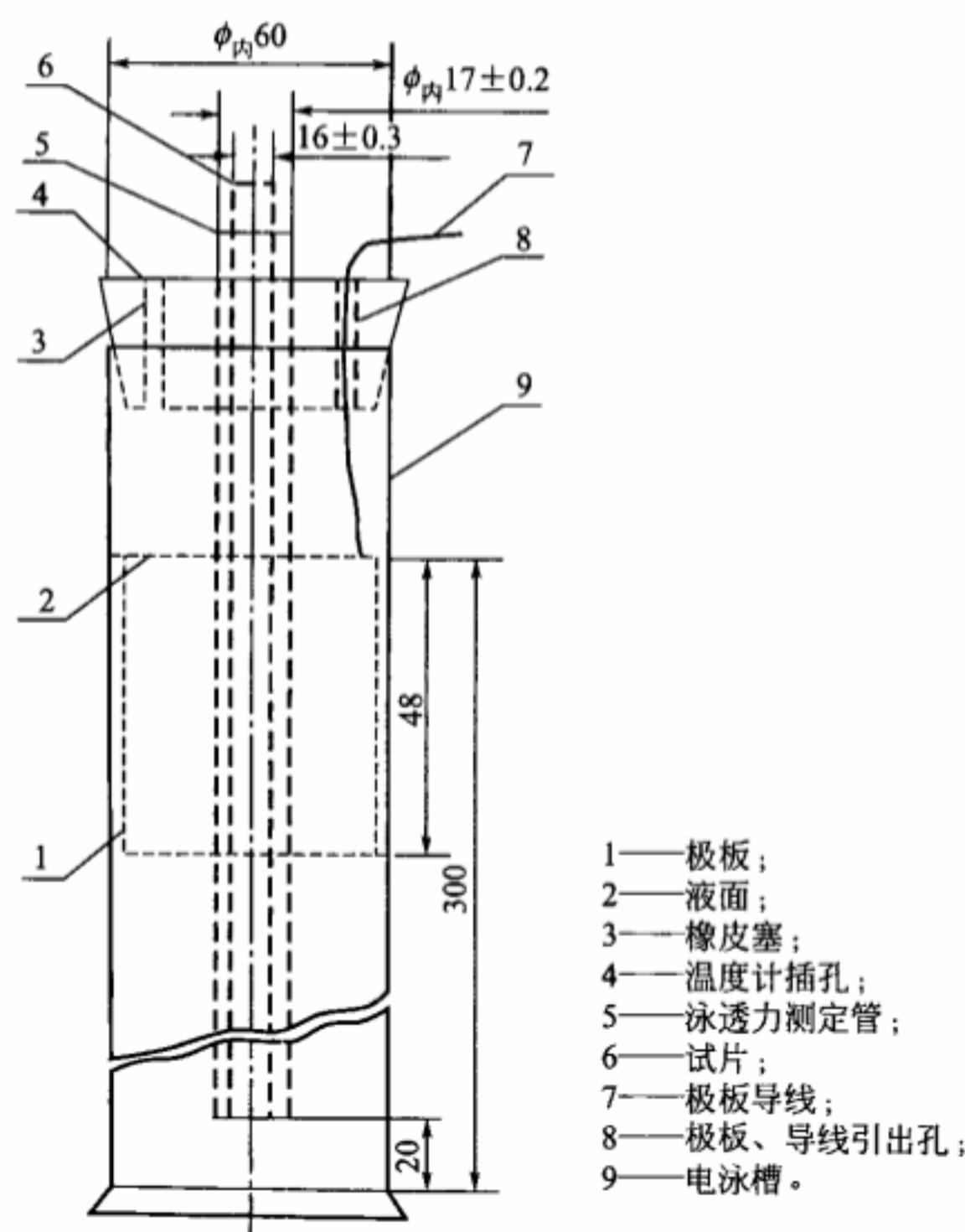


图 5 玻璃管法试验装置

4.3.3.2 操作过程

向烧杯中加入 1 L 工作液,搅匀并调整温度到(30±2) °C(或商定温度),倾入泳透力测定器的漆槽中,使液面至刻度线,并保持在(30±2) °C(或商定温度)。取试板三块,用脱脂棉蘸乙醇擦净试板,晾干后编号,并在 400 mm 处划线。将试板插在泳透力测定器玻璃管中央,试板的划线与玻璃管上端对齐(以保证试板下端与玻璃管下端对齐),并用夹子夹住,同时将直流电源调节到产品要求的电压。接通电路,同时开动秒表,电泳 3 min(或商定时间),电泳过程中,电压波动范围不得超过±2 V,电泳完毕关闭电源,取出试板,立即用自来水冲洗试板表面的浮漆至冲洗水清澈为止,再用去离子水对试板表面进行冲洗,冲洗后的试板晾干约 10 min。按上述步骤,重复电泳试板两块,每次测试前应将工作液搅匀。将电泳后的三块试板,放入电热鼓风恒温干燥箱中,按产品规定的固化条件进行干燥。

4.3.3.3 结果表示

用钢尺量取每块试板两面泳漆高度(如果泳漆部分上端不齐或出现弯月形时,以最高处计算),取平均值,精确至 1 mm,即为每块试板的泳漆高度。取三块试板泳漆高度的平均值,即为被测试样的泳透力。平行测定的相对偏差应不大于 5 %,否则应重新测试。

4.3.4 钢管法 A

4.3.4.1 仪器和材料

4.3.4.1.1 试板:400 mm×(10±0.2) mm×(0.2~0.3) mm 马口铁板;

4.3.4.1.2 直流电源:0 V~350 V,电压波纹系数在 5 % 以内的恒定电压装置;

4.3.4.1.3 电热鼓风恒温干燥箱:精度±2 °C;

4.3.4.1.4 秒表:分度 0.2 s;

4.3.4.1.5 温度计:0 °C~50 °C,分度 0.5 °C;

4.3.4.1.6 钢尺:分度 0.5 mm;

4.3.4.1.7 泳透力测定装置(见图 6):由电泳槽、橡皮塞和阳极管等组成。电泳槽为高 350 mm、内径(65±2) mm 的塑料或玻璃圆筒,在距离 300 mm 处划有刻度线,贴壁装有高为 15 mm、外径略小于电泳

槽内径的马口铁圆筒的阴极管，并引出导线。橡皮塞中央打孔以固定阳极管，两侧打孔分别引出导线和装置温度计。阳极圆管为 $16 \text{ mm} \times 1.5 \text{ mm} \times 380 \text{ mm}$ 的不锈钢管。

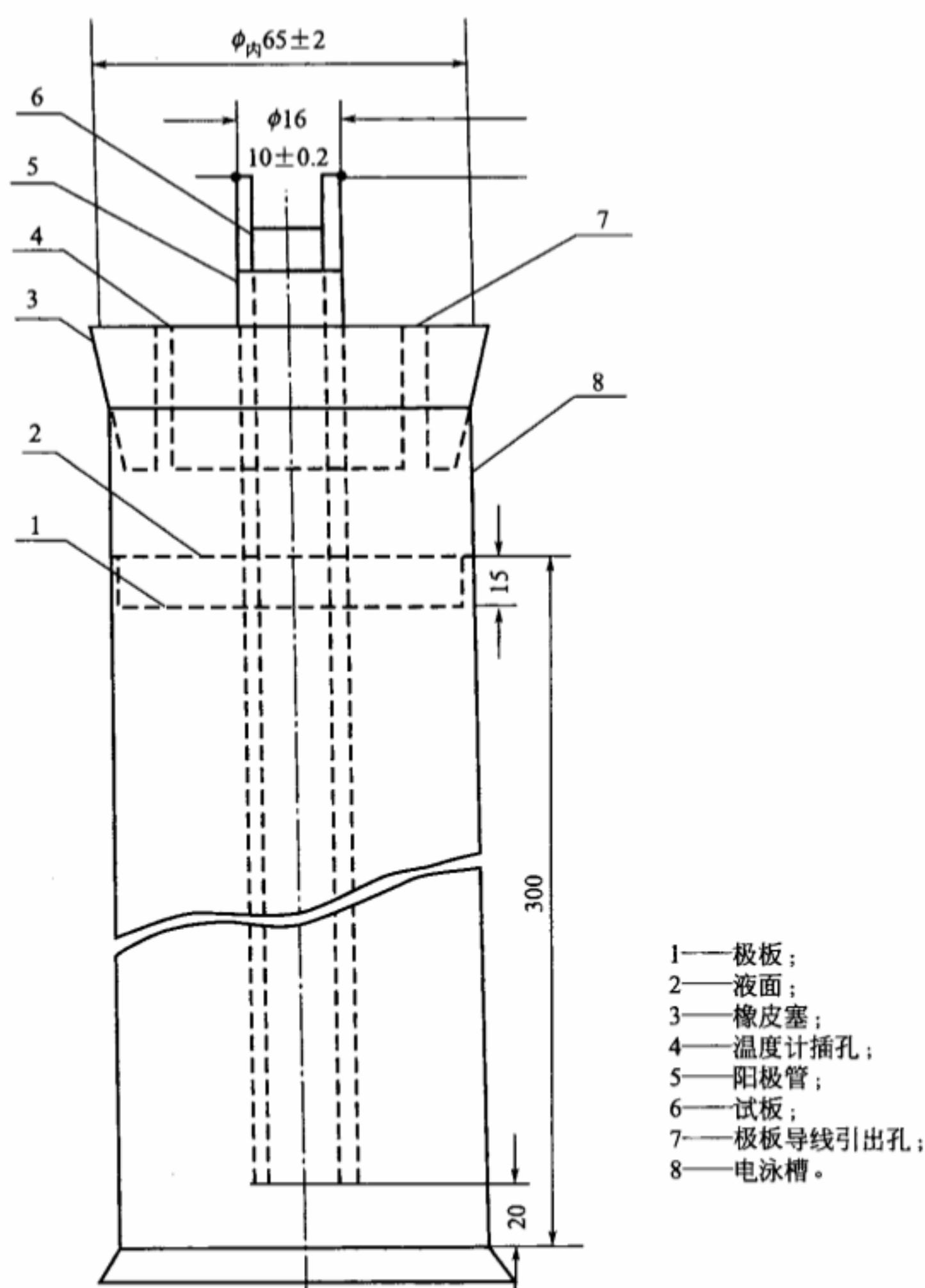


图 6 钢管法 A 试验装置

4.3.4.2 操作过程

将工作液倾入泳透力测定装置中，使液面至刻度线，温度保持在 $(30 \pm 2)^\circ\text{C}$ （或商定温度）。把用脱脂棉蘸乙醇擦净、晒干、编号，并在 380 mm 处划线，将试板插入阳极管内。试板划线与阳极管上口对齐，并用阳极夹夹住，与阳极管共同组成阳极。按产品要求调节直流电源电压，连接好装置。接通电源，同时开动秒表，电泳 3 min （或商定时间），电泳过程中电压波动范围不得超过 $\pm 2 \text{ V}$ 。电泳完毕取出试板，立即用自来水冲洗试板表面的浮漆至冲洗水清澈为止，再用去离子水对试板表面进行冲洗。冲洗后的试板晾干约 10 min 。按上述步骤重复电泳试板两块。将三块试板放入电热鼓风恒温箱中按产品规定的固化条件进行干燥。

注：每次电泳前应将漆液搅匀，用乙醇把阳极管内外涂漆擦洗干净。

4.3.4.3 结果表示

试板冷却后，用钢尺量取每块试板两面泳漆高度（如上端不齐以最高处计），取平均值，精确至 1 mm 。以三块试板泳漆高度的算术平均值为测定结果，精确至小数点后一位。平行测定的相对偏差应不大于 5% ，否则应重新测试。

4.3.5 钢管法 B

4.3.5.1 仪器和材料

4.3.5.1.1 直流电源:0 V~350 V,电压波纹系数在5%以内的恒定电压装置;

4.3.5.1.2 试板: 230 mm × 17 mm × 1 mm 的钢板, 在离上端 20 mm 居中处钻一个直径为 2 mm~3 mm 的孔;

4.3.5.1.3 不锈钢管:高 220 mm,外径 25 mm,内径 20 mm,在钢管上端 10 mm 处钻一个直径为 2 mm~3 mm 的对称孔;

4.3.5.1.4 极板:长 185 mm、高 100 mm 的薄紫铜片,围成一个圆筒,上端距电泳槽口 20 mm,并引出导线;

4.3.5.1.5 电泳槽:内径约 200 mm, 内深 240 mm 的玻璃杯或塑料容器;

4.3.5.1.6 温度计:0 °C~50 °C,分度 0.5 °C;

4. 3. 5. 1. 7 钢尺: 分度 1 mm。

4.3.5.2 操作过程

用脱脂棉蘸乙醇将钢管和试板擦拭干净,晾干后把试板插入钢管内,用直径为 2 mm 左右的钢丝穿过试板及钢管上端的小孔,将试板固定在钢管中,一并置于电泳槽中心处,使钢管下端浸入工作液深度为约 200 mm。此时钢管下端距电泳槽底部 30 mm。装置图如图 7 所示。

将熟化好的电泳涂料工作液倒入电泳槽中,液面不要超过钢管的小孔,钢管浸入工作液的深度为200 mm。保持工作液温度为(30±2) °C(或商定温度),将直流电源的正负极与电泳槽两个电极的导线连接好。采用软启动通电,在15 s内使电压从零逐渐升至规定电压,电泳3 min后,断开电源。从钢管中取出试板,立即用自来水冲洗试板表面的浮漆至冲洗水清澈为止,再用去离子水对试板表面进行冲洗,冲洗后的试板晾干约10 min。按上述步骤重复电泳试板两块。将三块已涂漆试板放入电热鼓风恒温箱中,按产品规定的固化条件进行干燥。冷却后用钢尺分别测量试板上虚膜长度(A)和实膜长度(B),并测量钢管外壁的电泳漆膜长度(H)。

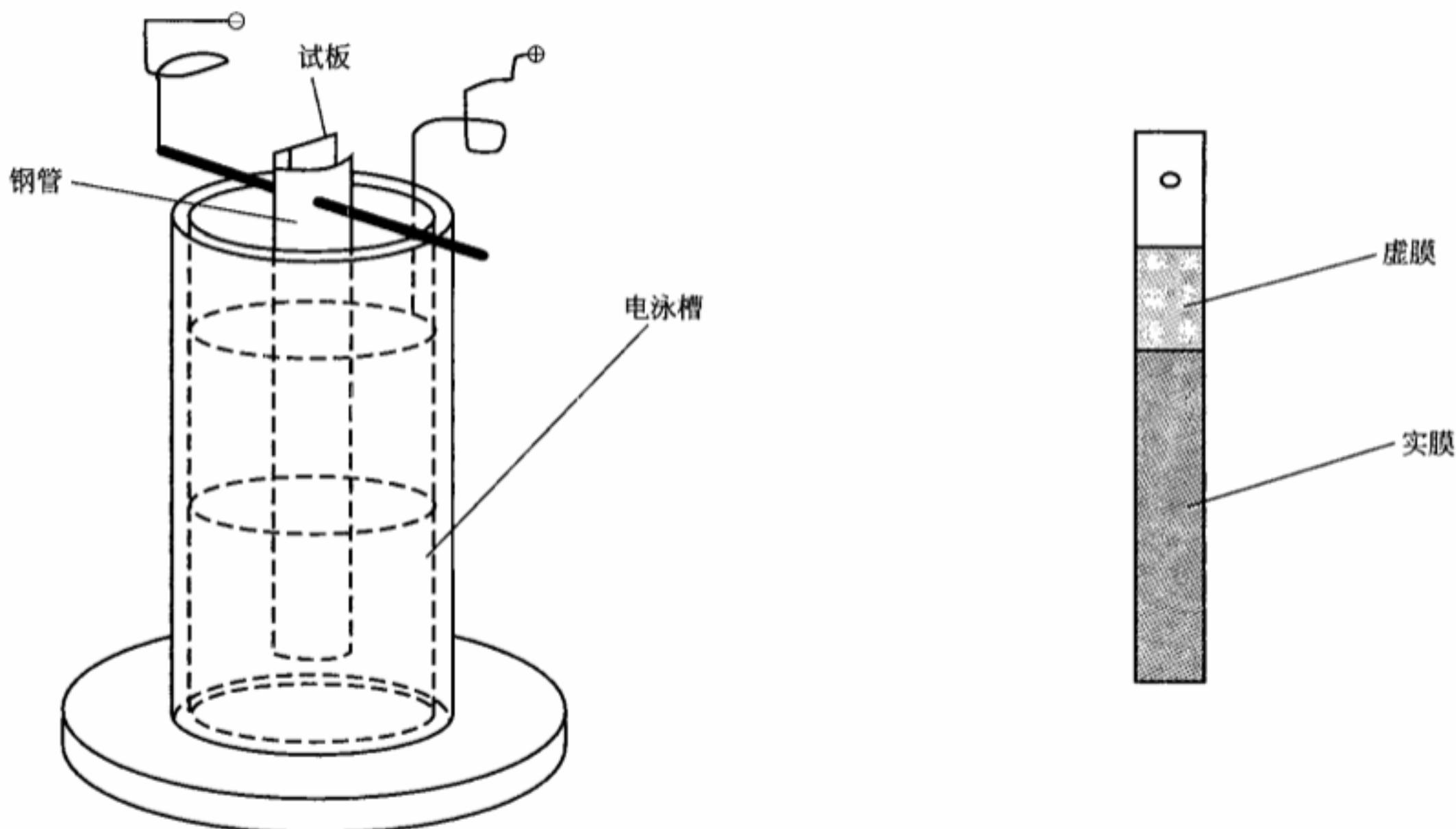


图 7 钢管法 B 试验装置

4.3.5.3 计算

泳透力值公式见式(1):

$$X = \frac{1/2A + B}{H} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中：

X ——泳透力值,以%表示;

A ——试板上虚膜的长度,单位为厘米(cm);

B ——试板上实膜的长度,单位为厘米(cm);

H ——钢管外壁电泳漆膜长度,单位为厘米(cm)。

取三次测定的算术平均值作为结果的数据。

4.4 电泳涂料库仑效率

本方法适用于电泳涂料库仑效率的测定,以通过单位电量所沉积的干膜质量表示。

4.4.1 仪器和材料

4.4.1.1 直流电源:0 V~350 V,电压波纹系数在5%以内的恒定电压装置,含电极导线夹;

4.4.1.2 试板:尺寸为50 mm×120 mm×(0.2~0.3) mm的马口铁板,70 mm×150 mm×(0.45~0.55) mm的低碳钢板,或商定材质;

4.4.1.3 天平:感量0.1 mg;

4.4.1.4 电热鼓风恒温干燥箱:精度±2 °C;

4.4.1.5 电量测试仪:精度0.1 C。

4.4.2 操作过程

取三块试板,按3.2的规定进行试板的表面处理,称量涂漆前试板质量(G_1)。把已校正好的电量测试仪串联入3.4电泳装置的电路内。接通电源,按仪器使用说明书的要求进行调节。按3.4电泳涂料漆膜的制备方法泳板,同时读取库仑数(Q)。电泳完毕,切断电源,取出试板,立即用自来水冲洗试板表面的浮漆至冲洗水清澈为止,再用去离子水对试板表面进行冲洗,冲洗后的试板晾干约10 min,将试板放入电热鼓风恒温箱中,按产品规定的固化条件(或商定干燥条件)进行干燥。待其冷却到室温后,称量涂漆后试板质量(G_2)。

4.4.3 计算

库仑效率按式(2)计算:

$$X = \frac{G_2 - G_1}{Q} \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

式中:

X ——库仑效率,单位为毫克每库仑(mg/C);

G_2 ——涂漆后试板的质量,单位为毫克(mg);

G_1 ——涂漆前试板的质量,单位为毫克(mg);

Q ——库仑计指示的库仑数,单位为库仑(C)。

4.4.4 试验结果及误差

测试结果,取三次平行试验的平均值。平行测定的相对偏差应不大于3%,否则应重新测试。

4.5 电泳涂料沉积量

本方法适用于电泳涂料沉积量的测定,以单位面积所沉积的干膜质量表示。

4.5.1 仪器和材料

4.5.1.1 直流电源:0 V~350 V,电压波纹系数在5%以内的恒定电压装置,含电极导线夹;

4.5.1.2 试板:尺寸为50 mm×120 mm×(0.2~0.3) mm的马口铁板,尺寸为70 mm×150 mm×(0.7~1.0) mm铝板,或商定材质;

4.5.1.3 天平:感量0.1 mg;

4.5.1.4 钢尺:分度1 mm。

4.5.2 操作过程

取三块试板(阴极电泳涂料用马口铁板,阳极电泳涂料用铝板或商定材质),按3.2的规定进行试板

的表面处理,称量涂漆前试板质量(G_1)。按 3.4 电泳涂料漆膜的制备方法泳板。电泳完毕后,切断电源,取出试板,立即用自来水冲洗试板表面的浮漆至冲洗水清澈为止,再用去离子水对试板表面进行冲洗,洗后的试板晾干约 10 min。将试板移入电热鼓风恒温干燥箱中,按产品规定的固化条件(或商定干燥条件)进行干燥。冷却至室温后,称量涂漆后试板质量(G_2)。量取试板的宽度(W)和高度(H),精确至 1 mm。

4.5.3 计算

沉积量按式(3)计算:

$$D = \frac{G_2 - G_1}{2WH} \times 10^4 \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

式中：

D——沉积量,单位为克每平方米(g/m^2);

G_2 ——涂漆后试板的质量,单位为克(g);

G_1 ——涂漆前试板的质量,单位为克(g)

W——试板的宽度,单位为厘米(cm);

H ——试板的高度,单位为厘米(cm)。

4.5.4 试验结果及误差

测试结果,取三次平行试验的平均值。平行测定的相对偏差应不大于 3 %,否则应重新测试。

4.6 不挥发物

按 GB/T 1725—2007 的规定进行。称取试样质量: (2±0.2) g, 烘烤条件: (105±2) °C/3 h 或商定烘烤条件。

4.7 灰分

4.7.1 仪器和材料

4.7.1.1 天平: 感量 0.1 mg;

4.7.1.2 电热鼓风干燥箱:精度 $\pm 2^{\circ}\text{C}$;

4.7.1.3 马弗炉: 0 °C ~ 1 000 °C, 精度 ± 20 °C;

4.7.1.4 瓷坩埚:容积 50 mL。

4.7.2 操作过程

将瓷坩埚于 800 °C 马弗炉中焙烧恒重，在干燥器中冷却后称量(m_1)。向瓷坩埚中加入约 10 g 工作液，称量工作液质量(G)。将装有工作液的瓷坩埚放入 105 °C(或商定温度)的电热鼓风干燥箱 3 h，再升温至 180 °C(或商定温度)烘 1 h。将其转移到马弗炉中，升温至(800±20) °C 保持 30 min，取出在干燥器中冷却后称量(m_2)。

注：也可商定烘烤温度和烘烤时间。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。

4.7.3 结果计算与表示

4.7.3.1 工作液的灰分

灰分按式(4)计算：

$$\text{ASH} = \frac{m_2 - m_1}{G} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (4)$$

式中：

ASH——工作液的灰分,以质量分数计,以%表示;

m_2 ——灼烧后坩埚与工作液中颜填料(除炭黑等 800 ℃气化的颜料)的质量,单位为克(g);

m_1 ——坩埚质量,单位为克(g);

G ——工作液的质量,单位为克(g)。

4.9.2 操作过程

在 250 mL 具塞量筒中加入高度为 22 cm 的工作液, 盖上盖子, 在(23±2) °C 条件下放置 24 h, 测量底部沉淀物的高度, 以 mm 表示。

4.10 篦余物

4.10.1 仪器和材料

- 4. 10. 1. 1 铜网:孔径 48 μm,尺寸 10 cm×10 cm,或商定;
 - 4. 10. 1. 2 天平:感量 0.1 mg;
 - 4. 10. 1. 3 电热鼓风干燥箱:精度±2 °C;
 - 4. 10. 1. 4 量筒:容量 1 L。

4. 10. 2 操作过程

铜网在(120±2) °C的条件下烘 1 h, 冷却后称量(m_1), 用量筒量取 1 L 工作液并用铜网过滤, 然后立即用自来水冲洗铜网内的浮漆至冲洗水清澈为止。将铜网在(120±2) °C的条件下烘 1 h, 冷却后称量(m_2)。两次冷却时间应一致。

注：也可商定烘烤温度和烘烤时间。

4.10.3 计算

筛余物按式(7)计算:

$$S = \frac{m_2 - m_1}{V} \quad \dots \dots \dots \quad (7)$$

式中：

S——工作液的筛余物,单位为毫克每升(mg/L);

m_2 —过滤后烘干铜网的质量,单位为毫克(mg);

m_1 ——过滤前铜网的质量,单位为毫克(mg);

V——工作液体积,单位为升(L)。

4.11 加热减量

4.11.1 仪器和材料

- 4.11.1.1 直流电源:0 V~350 V,电压波纹系数在5%以内的恒定电压装置,含电极导线夹;
 - 4.11.1.2 天平:感量0.1 mg;
 - 4.11.1.3 电热鼓风干燥箱:精度 ± 2 °C;
 - 4.11.1.4 试板:尺寸为70 mm×150 mm×(0.7~1.0) mm的磷化钢板,或商定材质。

4.11.2 操作过程

试板在(105±2) °C的条件下烘 15 min 冷却后称量(m_1)。按 3.4 电泳涂料漆膜的制备方法进行泳板。湿膜试板在(105±2) °C的条件下烘 3 h,冷却后称量(m_2)。再将试板在产品规定的固化条件下烘干,冷却后称量(m_3)。

注：湿膜试板也可按产品不挥发物的测试条件进行烘烤。

4.11.3 计算

涂膜的加热减量按式(8)计算:

式中：

Z——涂膜的加热减量,以质量分数计,以%表示;

m_2 ——涂漆后试板在(105±2) °C条件下烘 3 h 后的质量,单位为克(g);

m_3 ——涂漆后试板正常固化后的质量,单位为克(g);

m_1 ——涂漆前试板的质量,单位为克(g)。

结果取两次平行测定的算术平均值，平行测定的相对偏差应不大于 3 %。

4.12 Gel 分率

4.12.1 定义

Gel 分率——固化后的电泳涂膜,浸入规定的混合溶剂中一定时间后,电泳涂膜的质量与浸入溶剂前的电泳涂膜的质量比。

Gel 分率是表示电泳涂膜交联固化程度的一种方法。

4. 12. 2 仪器和材料

- 4.12.2.1 直流电源:0 V~350 V,电压波纹系数在5%以内的恒定电压装置,含电极导线夹;
 - 4.12.2.2 分析天平:感量0.1 mg;
 - 4.12.2.3 电热鼓风干燥箱:精度 ± 2 °C;
 - 4.12.2.4 试板:尺寸为50 mm×120 mm×(0.2~0.3) mm的马口铁板,或商定材质;
 - 4.12.2.5 甲醇:化学纯;
 - 4.12.2.6 丙酮:化学纯。

4.12.3 操作过程

试板在(105±2)℃的条件下烘15 min,冷却后称量(m_1)。按3.4电泳涂料漆膜的制备方法泳板。按产品规定的固化条件干燥试板,冷却后称量(m_2)。然后将试板完全浸入(23±2)℃的甲醇和丙酮混合溶液[甲醇:丙酮=1:1(体积比)]中24 h,取出试板,用滤纸擦干。漆膜应无起泡、剥落、发黏、明显变色、明显失光等现象。将试板在(120±2)℃的条件下烘1 h冷却后称量(m_3)。

4.12.4 计算

Gel 分率按式(9)计算, 数值以%表示:

$$\text{Gel 分率} = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (9)$$

式中：

m_3 ——涂漆后试板浸泡溶剂并在 $(120 \pm 2)^\circ\text{C}$ 条件下烘 1 h 后的质量, 单位为克(g);

m_1 ——涂漆前试板的质量,单位为克(g);

m_2 ——涂漆后试板在固化条件下干燥后的质量,单位为克(g)。

结果取两次平行测定的算术平均值，平行测定的相对偏差应不大于 3 %。

4.13 MEQ

4.13.1 MEQ 值的测定(以工作液表示)

4.13.1.1 定义

MEQ 值——100 g 工作液的不挥发物中所含的酸或碱的毫摩尔数(MEQ)值。

4.13.1.2 试剂和仪器

- 4.13.1.2.1 氢氧化钾标准滴定溶液:约 0.1 mol/L,标定按 GB/T 601—2002 中 4.1 或 4.24 进行;
 - 4.13.1.2.2 盐酸标准滴定溶液:约 0.1 mol/L,标定按 GB/T 601—2002 中 4.2 进行;
 - 4.13.1.2.3 高氯酸标准滴定溶液:约 0.1 mol/L,标定按 GB/T 601—2002 中 4.23 进行;
 - 4.13.1.2.4 溶剂:所用溶剂的类型和体积取决于受试产品的溶解度,但溶剂的允许量应通过空白试验得出,该溶剂对中和试剂而言是中性的且在滴定期间不应产生沉淀;
 - 4.13.1.2.5 滴定容器:500 mL 锥形瓶或适宜的其他容器;
 - 4.13.1.2.6 分析天平:感量 0.1 mg;
 - 4.13.1.2.7 磁力搅拌器;具备加热装置;
 - 4.13.1.2.8 电位滴定仪:装有玻璃电极和参比电极的 pH 计或电压计。

4.13.1.3 操作过程

4.13.1.3.1 MEQ(酸)值的测定

称取一定质量(G_1)的工作液,精确至0.1 mg,放入滴定容器中,加入溶剂溶解试样。如有必要,可使用带有加热装置的磁力搅拌器溶解试样,但在测定前须冷却溶液至室温。用氢氧化钾标准溶液滴定该溶液直至达到滴定曲线的转折点,记录消耗的氢氧化钾标准溶液体积(V_1)。如果滴定曲线出现几个阶跃,则取碱性最大范围的阶跃作为终点。

按照相同程序测试空白试验,并记录消耗的氢氧化钾标准溶液体积(V_2)。

4.13.1.3.2 MEQ(碱)值的测定

称取一定质量(G_2)的工作液,精确至0.1 mg。放入滴定容器中,加入溶剂溶解试样。如有必要,可使用带加热装置的磁力搅拌器溶解试样,但在测定前须冷却溶液至室温。用盐酸标准溶液或高氯酸标准溶液(或供应商推荐的酸溶液)滴定该溶液直至达到滴定曲线的转折点,记录消耗的酸标准溶液体积(V_1)。如果滴定曲线出现几个阶跃,则取酸性最大范围的阶跃作为终点。

在某些情况下,使用盐酸会产生沉淀,应使用高氯酸。

按照相同程序测试空白试验,并记录消耗的酸标准溶液体积(V_2)。

4.13.1.4 计算

按式(10)或式(11)计算MEQ值:

$$\text{MEQ(酸)} = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 10\,000}{G_1 \times NV} \quad (10)$$

$$\text{MEQ(碱)} = \frac{(V_3 - V_4) \times c \times 10\,000}{G_2 \times NV} \quad (11)$$

式中:

V_1 ——滴定工作液时消耗的氢氧化钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定空白时消耗的氢氧化钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——滴定标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

G_1 ——工作液的质量,单位为克(g);

NV ——按4.6测定的工作液的不挥发物含量,以质量分数计,以%表示;

V_3 ——滴定工作液时所消耗的盐酸溶液或高氯酸溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——滴定空白时所消耗的盐酸溶液或高氯酸溶液的体积,单位为毫升(mL);

G_2 ——工作液的质量,单位为克(g)。

以两次测定结果的平均值表示,精确到小数点后一位。平行测定的相对偏差应不大于5%。

4.13.2 MEQ值的测定(以树脂表示)

4.13.2.1 定义

MEQ值——100 g树脂的不挥发物中所含的酸或碱的物质的量(mmol)。

4.13.2.2 按4.8测试工作液的颜基比。

4.13.2.3 MEQ值的测定

按4.13.1进行测试。

4.13.2.4 计算

按式(12)或式(13)计算MEQ值:

$$\text{MEQ(酸)} = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 10\,000}{G_1 \times NV} \times (1 + P/B) \quad (12)$$

$$\text{MEQ(碱)} = \frac{(V_3 - V_4) \times c \times 10\,000}{G_2 \times NV} \times (1 + P/B) \quad (13)$$

式中

V_1 ——滴定工作液时消耗的氢氧化钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定空白时消耗的氢氧化钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
 c ——滴定标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 G_1 ——工作液的质量,单位为克(g);
 V_3 ——滴定工作液时所消耗的盐酸溶液或高氯酸溶液的体积,单位为毫升(mL);
 V_4 ——滴定空白时所消耗的盐酸溶液或高氯酸溶液的体积,单位为毫升(mL);
 G_2 ——工作液的质量,单位为克(g);
NV——按 4.6 测定的工作液的不挥发物含量,以质量分数计,以%表示;
P/B——工作液的颜基比。

以两次测定结果的平均值表示,精确到小数点后一位。平行测定的相对偏差应不大于 5 %。

4.14 L-效果

4.14.1 仪器和材料

- 4.14.1.1 直流电源:0 V~350 V,电压波纹系数在 5 %以内的恒定电压装置,含电极导线夹;
- 4.14.1.2 试板:尺寸为 50 mm×120 mm×(0.2~0.3) mm 的马口铁板,70 mm×150 mm×(0.45~0.55) mm 的低碳钢板,尺寸为 70 mm×150 mm×(0.7~1.0) mm 的磷化钢板,或商定材质;
- 4.14.1.3 极板:面积为试板面积的 1/6~1/4 的不锈钢板(推荐使用牌号为 316 的不锈钢板),浸入工作液长度与试板浸入工作液长度相同;
- 4.14.1.4 电热鼓风恒温干燥箱:精度为士 2 °C;
- 4.14.1.5 光泽度仪:精度 0.2 单位值;
- 4.14.1.6 测厚仪:精度 0.1 μm。

4.14.2 操作过程

在试板长边的 1/3 处弯折成 90°,试板 1/3 面水平放置,试板 2/3 面垂直向上放置。将垂直面和水平面全部浸入工作液中,确保试板的垂直面与槽液面垂直。按 3.4 电泳涂料漆膜的制备方法进行泳板。按产品规定的固化条件干燥试板。待其冷却后检查水平面的上、下面和垂直面的涂膜外观,并测试出三个面的光泽值和漆膜厚度。

4.15 再溶性

4.15.1 仪器和材料

- 4.15.1.1 直流电源:0 V~350 V,电压波纹系数在 5 %以内的恒定电压装置,含电极导线夹;
- 4.15.1.2 试板:尺寸为 50 mm×120 mm×(0.2~0.3) mm 的马口铁板,70 mm×150 mm×(0.45~0.55) mm 的低碳钢板,尺寸为 70 mm×150 mm×(0.7~1.0) mm 的磷化钢板,或商定材质;
- 4.15.1.3 极板:面积为试板面积的 1/6~1/4 的不锈钢板(推荐使用牌号为 316 的不锈钢板),浸入工作液长度与试板浸入工作液长度相同;
- 4.15.1.4 电热鼓风恒温干燥箱:精度为士 2 °C;
- 4.15.1.5 测厚仪:精度 0.1 μm。

4.15.2 操作步骤

试板按 3.4 电泳涂料漆膜的制备方法泳板。泳板结束后,用自来水冲洗试板表面的浮漆至冲洗水清澈为止,立即将试板的 1/2 部分浸入工作液中。搅拌速度、工作液温度与制板时保持一致。10 min 后取出试板,立即用自来水冲洗试板表面的浮漆至冲洗水清澈为止,再用去离子水对试板表面进行冲洗。冲洗后的试板晾干约 10 min,按产品规定的固化条件干燥试板。检查浸泡部分的涂膜是否均匀平整,有无针孔、缩孔、凹坑等病态,并测出未浸泡部分和浸泡部分的漆膜厚度差。

4.16 击穿电压

4.16.1 仪器和材料

- 4.16.1.1 试板:尺寸为 70 mm×150 mm×(0.7~1.0) mm 的磷化钢板,或商定材质;
- 4.16.1.2 极板:面积为试板面积的 1/6~1/4 的不锈钢板(推荐使用牌号为 316 的不锈钢板),浸入工

作液长度与试板浸入工作液长度相同；

4.16.1.3 烧杯：容量 2 L；

4.16.1.4 直流电源：0 V~350 V，电压波纹系数在 5 % 以内的恒定电压装置，含电极导线夹；

4.16.1.5 温度计：0 °C~50 °C，分度 0.5 °C。

4.16.2 操作步骤

向烧杯中加入 2 L 工作液，调整工作液的温度为(30±2) °C（或商定温度），在烧杯的对称两侧放好极板和试板，将极板和试板串入 3.4 的电泳电路中，根据产品规定的电压增加 50 V 进行电泳（不需要缓慢升压过程），如果随着电泳时间增加电流值下降则提高电压 30 V，如此重复操作；当随着时间增加，电流值不下降而出现上升预兆时，立即关闭电源；将上述电压下降 20 V，根据电流随时间下降或上升迹象，再增减电压 10 V，直至达到电流不上升的最高电压，即为击穿电压。

注：每次电泳在 30 s 内完成。如果在试验过程中发现涂膜击穿（试板上部 5 cm 以内的涂膜不作评定），立即关闭电源，必要时，工作液应搅拌 20 min 并进行过滤。要测完其他项目后再测击穿电压。

4.17 固化性能

4.17.1 仪器和材料

4.17.1.1 直流电源：0 V~350 V，电压波纹系数在 5 % 以内的恒定电压装置，含电极导线夹；

4.17.1.2 电热鼓风干燥箱：精度±2 °C；

4.17.1.3 试板：尺寸为 70 mm×150 mm×0.5 mm 钢板，或商定材质；

4.17.1.4 极板：面积为试板面积的 1/6~1/4 的不锈钢板（推荐使用牌号为 316 的不锈钢板），浸入工作液长度与试板浸入工作液长度相同；

4.17.1.5 耐溶剂擦拭试验仪。

4.17.2 操作步骤

按 3.4 电泳涂料漆膜的制备方法泳板。泳板结束后，立即用自来水冲洗试板表面的浮漆至冲洗水清澈为止。冲洗后的试板晾干约 10 min，按产品规定的固化条件干燥试板。取出待其冷却后，按 GB/T 23989—2009 中 B 法规定进行耐溶剂擦拭试验，溶剂为丁酮（或商定溶剂），试验次数为 10 次。涂膜应无脱落、明显失光、明显变色、明显擦痕等破坏现象。

4.18 溶剂含量

本方法适用于电泳涂料原漆和工作液中溶剂含量的测试。

4.18.1 原理

采用气相色谱技术分离电泳涂料中常用的有机溶剂，经定性鉴定后，用内标法以峰面积值定量测定溶剂的含量。

4.18.2 材料和试剂

4.18.2.1 校准化合物：用于校准的化合物，其纯度至少为 99 %（质量分数），或纯度已知。例如：异丙醇、正丁醇、异丁醇、异辛醇、乙二醇甲醚、乙二醇乙醚、乙二醇丁醚、丙二醇甲醚、丙二醇苯醚、二乙二醇乙醚、二乙二醇丁醚、二乙二醇、丁酮、甲基异丁基酮等。

注：以上为电泳涂料中可能使用到的溶剂，其他的溶剂种类必要时由生产企业提供相关资料。

4.18.2.2 稀释溶剂

水：符合 GB/T 6682 中三级水的要求。

4.18.2.3 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：乙二醇乙醚醋酸酯等。

4.18.2.4 载气：氮气或氦气，纯度至少为 99.995 %。

4.18.2.5 燃气：氢气，纯度至少为 99.995 %。

4.18.2.6 助燃气：空气。

4.18.2.7 辅助气体（隔垫吹扫和尾吹气）：与载气具有相同性质的气体。

4.18.3 仪器设备

4.18.3.1 气相色谱仪:配有氢火焰离子化检测器、分流装置的进样口,汽化室内衬可更换,可进行恒温和程序升温控制操作。

4.18.3.2 色谱柱:应能使被测化合物足够分离,例如,6%氰丙苯基/94%二甲基聚硅氧烷毛细管柱或相当型号。

4.18.3.3 进样器:容量至少应为进样量的二倍。

4.18.3.4 配样瓶:约10mL的玻璃瓶,具有可密封的瓶盖。

4.18.3.5 分析天平:感量0.1mg。

4.18.4 气相色谱测试条件

4.18.4.1 色谱柱:6%氰丙苯基/94%二甲基聚硅氧烷毛细管柱(60m×0.32mm×1.0μm);

4.18.4.2 进样口温度:210℃;

4.18.4.3 柱温:初始温度80℃保持14min,然后以20℃/min升至250℃保持6min;

4.18.4.4 检测器温度:250℃;

4.18.4.5 载气:氮气,流速0.8mL/min;

4.18.4.6 进样量:1.0μL;

4.18.4.7 分流比:分流进样,分流比可调。

注:也可根据所用仪器的性能及待测试样的实际情况选择最佳的气相色谱测试条件。

4.18.5 测试步骤

进行两次平行测定。

4.18.5.1 色谱仪参数优化

在与测试试样相同的色谱测试条件下,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。

4.18.5.2 试样的定性分析

称取约1g的试样放入配样瓶中,用水稀释,密封配样瓶并摇匀。吸取1μL配样瓶中的试样注入色谱仪中,记录色谱图,并对每种化合物进行定性鉴定。也可使用气相色谱-质谱联用仪或气相色谱-红外光谱联用仪进行定性鉴定。

4.18.5.3 相对质量校正因子的测定

称取一定量(精确至0.1mg)的校准化合物和内标物于同一配样瓶中,称取的质量与待测试样中各种化合物的含量应在同一数量级。加入适量的蒸馏水稀释,密封配样瓶并摇匀。吸取1μL配样瓶中的混合液注入色谱仪,记录色谱图,并计算各种化合物的峰面积。设置的气相色谱测试条件应与测试试样时相同。用式(14)计算每种化合物的相对校正因子:

$$R_i = \frac{m_i \times A_s}{m_s \times A_i} \quad \dots \dots \dots \quad (14)$$

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_s ——内标物的峰面积;

m_s ——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。

4.18.5.4 试样的测试和计算

称取约1g的试样(精确至0.1mg)以及与被测化合物质量近似相同的内标物于配样瓶中。加入适量的蒸馏水稀释,密封配样瓶并摇匀。吸取1μL配样瓶中的试样注入色谱仪,记录色谱图,并计算各种被测化合物的峰面积,用公式(15)计算电泳涂料中所含各种溶剂的质量:

$$w_i = \frac{m_s \times A_i \times R_i}{m_i \times A_s} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (15)$$

式中：

w_i —试样中被测溶剂 i 的质量分数,以%表示;

m_s —试样中内标物的质量,单位为克(g);

A_i ——被测溶剂 i 的峰面积；

R_i ——被测溶剂 i 的相对校正因子;

m_i ——试样的质量,单位为克(g);

A_s ——内标物的峰面积。

如果出现未能定性的色谱峰或无法购买到校准用的化合物时，则应假定其相对于内标物的相对校正因子为 1.0。

中华人民共和国
化工行业标准
电泳涂料通用试验方法

HG/T 3334—2012

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 1¼ 字数 41 千字

2013 年 2 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025 · 1340

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：16.00 元

版权所有 违者必究