

—— 陈燕舞 主编 ——

涂料分析与检测



化学工业出版社

陈燕舞 主编

涂料分析与检测



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书在总结近年来涂料分析检测技术的基础上,重点介绍了气相色谱、原子吸收光谱、红外光谱等分析手段及其在涂料分析中的应用,电化学分析和X射线荧光光谱分析以及涂料未知样品的剖析等内容。本书内容新颖,实用性强,有较强的参考价值。

本书可供涂料生产企业、涂料使用单位、科研院所从事涂料有关工作的质检人员参考,也可作为高职高专化工专业、工业分析专业的教材使用。

图书在版编目(CIP)数据

涂料分析与检测/陈燕舞主编. —北京:化学工业出版社, 2009.7

ISBN 978-7-122-05464-7

I. 涂… II. 陈… III. ①涂料-分析②涂料-检测 IV. TQ630.7

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2009) 第 064655 号

责任编辑: 陈有华

文字编辑: 冯国庆

责任校对: 战河红

装帧设计: 尹琳琳

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)

印 装: 三河市延凤印装厂

850mm×1168mm 1/32 印张 11 $\frac{3}{4}$ 字数 311 千字 2009 年 7 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询: 010-64518888 (传真: 010-64519686) 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: 25.00 元

版权所有 违者必究

前言

涂料企业质检工作一般分为涂料施工前性能检测、施工性能检测、涂膜性能检测以及涂料成分分析等。鉴于涂料施工前性能检测、施工性能检测、涂膜性能检测都有相应国家标准或行业标准可以参照学习,因此,本书对这部分内容只作简要介绍,而气相色谱分析、原子吸收光谱分析、红外光谱分析等分析手段在涂料的分析检测中得到广泛应用,新方法层出不穷,相应的仪器设备在企业 and 质检部门得到广泛应用,因此本书针对上述动向,重点介绍了气相色谱、原子吸收光谱、红外光谱等分析手段及其在涂料分析中的应用,对电化学分析和X射线荧光光谱分析也做了简要的介绍,最后简要介绍了涂料未知样品的剖析。

本书是在总结近年来涂料分析检测技术的基础上,结合教学、科研等工作实践的积累,根据国家标准和涂料行业标准,将工作实际中应用较多的分析化学、仪器分析、涂料化学、高分子化学等学科知识以及涂料性能检测内容整合编写而成。

全书由陈燕舞主编。第一章~第七章、第十一章由陈燕舞编写,第八章和第十章由肖坤编写,第九章由贾威编写。全书由华南理工大学涂伟萍教授和湖南师范大学尹笃林教授审阅,在此深表谢意。

此外,本书在编写的过程中,还参阅了有关的文献和专著,已将参考文献列于书后,在此向各位编著者表示深切的谢意。

本书在编写过程中得到了顺德涂料企业界人士和顺

德职业技术学院的大力支持，在此表示最诚挚的感谢！感谢广东神州化学工业有限公司的苏振翔先生和江辉燕女士、佛山市顺德鸿昌涂料有限公司的曾晋先生、中山巴德士化工有限公司的吴亚虎先生、广东华润涂料的刘红女士给予的帮助和支持！

本书可供涂料生产企业、涂料使用单位、科研院所从事涂料有关工作的质检人员、工程技术人员参考，也可作为高职高专化工专业、工业分析专业教材使用。

由于编者水平有限，不妥之处在所难免，恳请广大读者批评指正！

编者

2009年3月

目 录

第一章 概述	1
一、涂料分析检测的目的与意义	1
二、涂料分析与检测的依据与标准	2
三、涂料分析与检测的特点	5
四、涂料分析检测的主要进展	7
第二章 涂料施工前性能检测	10
第一节 涂料产品样品的取样与状态调节	10
一、涂料样品的取样	10
二、涂料检测试样的状态调节	14
第二节 涂料外观的测定	15
一、透明度的测定方法	15
二、颜色的测定方法	16
第三节 涂料密度的测定	18
一、目的与定义	18
二、相关标准与测定方法	18
第四节 涂料细度的测定	21
一、涂料研磨细度测定的目的和意义	22
二、涂料研磨细度的测定	23
第五节 黏度的测定	26
一、黏度的定义	27
二、流体类型	27
三、涂料流变性能特性	27
四、涂料黏度测定方法	28
第六节 涂料固体含量的测定	41
一、测定目的与意义	41
二、主要测定方法	41

第七节 涂料容器中状态及贮存稳定性	43
一、测定目的与意义	43
二、测定方法	44
第三章 涂料施工性能的检测	47
第一节 遮盖力的测定	47
一、定义与内容	47
二、测定方法	47
第二节 使用量的测定	48
一、定义与内容	48
二、测定方法	48
第三节 流平性的测定	49
一、定义与内容	49
二、测定原理与方法	49
第四节 干燥时间的测定	50
一、定义与内容	50
二、测定方法	50
第五节 其他项目的测定	51
一、打磨性	51
二、涂刷性的测定	51
第四章 涂膜性能的检测	52
第一节 涂膜的制备	52
第二节 涂膜使用性能的检测	52
一、涂膜外观	52
二、光泽测定	53
三、涂膜厚度测定	53
四、涂膜硬度测定	54
五、涂膜附着力测定	55
六、涂膜柔韧性测定	58
七、杯突试验	59
八、涂膜耐水性的测定	59
九、涂膜耐腐蚀性测定	59

十、水性建筑涂料检测方法	59
第五章 涂料原材料的检测	63
第一节 原材料取样方法	64
一、取样的基本原则与标准	64
二、取样的相关定义	64
三、装样容器	65
四、取样器具	65
五、大样的取样收集	70
六、样品标记	73
七、安全措施	73
八、清洁维护措施	74
第二节 油脂类性能检测技术	74
一、色泽	74
二、酸值	74
三、碘值	75
四、折射率	75
五、相对密度	75
六、透明度	76
七、皂化值与不皂化物	77
八、其他	77
第三节 树脂性能检测技术	78
一、外观和透明度	78
二、固体含量	79
三、黏度	82
四、酸值	82
五、颜色	85
六、软化点	87
七、熔点	90
八、羟值	91
九、溶解性	93
十、容忍度	95
第六章 涂料成分的气相色谱分析	96
第一节 气相色谱法分析涂料成分的应用	96

一、测定聚合物乳液中的残余单体	96
二、测定涂料中的游离甲苯二异氰酸酯	98
三、测定内墙涂料及胶黏剂中的游离甲醛	99
四、测定涂料中的溶剂	100
五、测定水性涂料中的 VOC	101
第二节 色谱法基本知识	102
一、色谱发展简史	102
二、色谱法的分类	104
三、色谱法基本原理	105
四、气相色谱法的特点	107
第三节 色谱图及色谱参数	108
一、谱图意义	108
二、基线	108
三、色谱峰形	109
四、色谱峰参数	110
五、容量因子	114
六、分离度	114
七、选择性系数	115
第四节 气相色谱仪	116
一、气相色谱仪的分析流程	116
二、气相色谱仪的气路系统	116
三、气相色谱仪的进样系统	137
四、气相色谱仪的分离系统	153
五、气相色谱仪的检测系统	162
第五节 气相色谱实验技术	177
一、气相色谱的定性方法	177
二、气相色谱的定量分析	179
三、气相色谱分离的总分离效能指标	183
四、气相色谱分离操作条件的选择	188
第七章 原子吸收光谱法测定涂料成分	197
第一节 概述	197
一、原子吸收光谱的发展历史	197

二、原子吸收光谱法的优缺点	198
第二节 原子吸收光谱分析基本原理	199
一、原子吸收光谱的产生及共振线	199
二、谱线轮廓与谱线变宽	200
第三节 原子吸收光谱仪	206
一、原子吸收分光光度计的类型	206
二、原子吸收光谱仪的主要组成与部件结构	207
三、火焰原子化器	211
四、非火焰原子化	216
五、分光系统	221
六、检测读数系统	222
七、原子吸收分光光度计的主要性能参数	223
八、仪器的日常维护	225
第四节 原子吸收光谱分析技术	231
一、火焰原子吸收分析最佳测定条件的选择	231
二、定量分析方法	237
三、干扰及消除方法	238
第五节 原子吸收光谱分析在涂料分析中的应用	243
一、涂料中可溶性重金属限量标准	243
二、原子吸收光谱法测定涂料中的可溶性重金属的测定方法	244
 第八章 红外吸收光谱法及其在涂料分析中的应用	248
第一节 红外吸收光谱法基本知识	249
一、红外吸收光谱法概述	249
二、红外光谱法的特点	253
三、红外光谱法的发展	254
第二节 红外吸收光谱的基本原理	255
一、红外吸收光谱的产生	255
二、分子结构与红外光谱的关系	264
第三节 红外光谱仪	270
一、色散型红外光谱仪	271
二、傅里叶变换红外光谱仪	275
三、常见红外光谱仪的使用及日常维护	277

四、国内红外光谱仪的应用情况	279
第四节 试样的处理和制备	279
一、红外光谱分析对样品的制备要求	279
二、红外光谱测定中的样品处理技术	280
第五节 红外光谱分析技术	285
一、红外光谱定性分析	285
二、定量分析	291
第六节 涂料的红外光谱分析应用	293
一、几种常用涂料的红外光谱特征	293
二、涂料中常见无机填料和颜料的红外光谱特征	295
三、涂料的红外光谱分析实例	296
四、红外光谱技术的新进展	297
第九章 电化学分析	299
第一节 电化学分析法的基础知识	299
一、化学电池	299
二、电极电位	301
三、电极的极化	303
四、电解	304
第二节 电位分析法	305
一、参比电极	306
二、指示电极	307
三、电位法测量仪器	307
四、电位分析方法	308
第十章 X射线荧光光谱分析	313
第一节 概述	313
一、XRF 分析发展简史	313
二、XRF 的类别	314
三、应用	315
四、X射线荧光光谱法特点	315
第二节 X射线荧光光谱分析的基本原理	316
一、X射线	316

二、弛豫过程与俄歇效应	317
第三节 X 射线荧光光谱仪	318
一、两种类型 X 射线光谱仪的工作原理	318
二、X 射线光谱仪的主要部件	319
三、能量色散谱仪	322
第四节 定性定量分析方法	323
一、样品制备	323
二、定性分析	324
三、定量分析	324
第十一章 未知涂料样品的剖析	327
第一节 概述	327
一、样品剖析的应用	328
二、样品剖析的特点	329
三、样品剖析基本思路与程序	331
四、未知样品剖析方法步骤	332
五、样品剖析的发展	336
第二节 涂料剖析的一般程序	336
附录	340
附录一 现行涂料基础标准	340
附录二 现行涂料产品标准	341
附录三 现行涂料方法标准 (截至 2007 年 2 月)	342
附录四 现行涂料安全标准	354
附录五 近年已废止的 42 项涂料标准 (截至 2007 年 2 月)	354
参考文献	357

第一章 概 述

一、涂料分析检测的目的与意义

1. 涂料分析检测的目的

涂料的性能决定了涂料的质量和涂料的用途，而涂料的性能是多方面的。为了从不同的角度对涂料性能进行评价，人们创造和制定了许多试验方法，这就是涂料的分析与检测。广义的涂料分析与检测包括为了涂料基础理论研究、生产过程控制、产品性能质量控制和施工过程质量管理等方面而进行的各项检测工作，通常则指对涂料产品进行性能检查和质量控制，主要包括对涂料本身性能检测和涂膜性能检测两个方面。

2. 涂料分析检测的意义

涂料的分析检测是涂料生产使用过程中不可缺少的重要环节，是制定涂料产品技术指标的主要依据，是用来评价涂料性能和质量的具体方法。

(1) 通过有限的试验，对所研制的涂料产品进行考查，为选定产品的配方设计、工艺条件提供数据，并指导试验工作，从而建立产品技术规格和标准。

(2) 通过对涂料进行分析检测，可以正确地反映涂料产品质量和控制产品质量。如在涂料生产过程中，通过对基料、色浆的各项性能检验，就可有效地对车间生产进行控制，可以保证正常生产；通过成品的出厂检验就能保证出厂产品批次质量的一致以及产品的性能和质量；使用单位在涂料使用前验收产品，进行各个项目的检测，考察涂膜是否能起到预期的装饰、保护、特种功能等作用，可以保证施工的正常进行。

(3) 通过检测试验得出的数据，开展基础理论的研究，找出组分与性能之间的关系，从而发现原有产品存在的问题及改进的方

向, 为新的科研课题和新产品的开发提供依据。

因此, 涂料分析检测可以说是开展涂料科学研究、实现涂料产品开发、保证生产和使用的正常的必要步骤和手段, 是涂料标准化工作的一项重要内容, 是在涂料生产和施工中全面推行质量管理和建立质量保证体系的前提与基础。

二、涂料分析与检测的依据与标准

1. 涂料分析与检测的依据

涂料的性能表示的是它的使用价值, 而且是综合性的、广范围的和长时间的使用价值。涂料作为装饰保护材料使用, 它属于高聚物材料, 但涂料本身是半成品, 所形成的涂膜才是高聚物材料。涂膜与塑料、橡胶、纤维等高聚物材料不同, 不能独立存在, 必须黏附在其他被涂物件上才能成为材料, 所以涂料和涂膜既具有一般聚合物材料的通性, 又有与一般聚合物材料不同的特性, 最主要的是涂膜必须适应被涂物件材质性能的要求, 与底材结合一体。涂料是为被涂物件服务的材料, 应用于被涂物件表面。由于被涂物件是多种多样的, 使用条件千变万化, 因而涂料与涂膜必须具备被涂物件所要求的性能, 也就是以被涂物件的要求作为确定涂料和涂膜的性能的依据。

涂料的性能以涂料和涂膜的基本物理和化学性质为依据, 但并不是全面的表示, 通常提到的涂料的性能只表现了涂料和涂膜的基本性质中的某一部分。

2. 涂料分析与检测的内容

涂料的性能包括涂料产品本身和涂膜的性能, 涂料产品本身的性能一般包括涂料在未使用前和使用时两个方面应具备的性能。

涂料在未使用前应具备的性能, 又称涂料原始状态的性能, 所表示的是涂料作为商品在贮存过程中的各方面性能和质量情况。涂料使用时应具备的性能, 又称涂料施工性能, 所表示的是涂料的使用方式、使用条件、形成涂膜所要求的条件以及在形成涂膜过程中涂料的表现等方面情况。

涂膜的性能即涂膜应具备的性能, 也是涂料最主要的性能。涂

料产品本身的性能只是为了得到需要的涂膜，而涂膜性能才能表现涂料是否满足了被涂物件的使用要求，亦即涂膜性能表示涂料的装饰、保护和其他作用。涂膜性能包括范围很广，因被涂物件要求而异，主要有装饰方面、与被涂物件附着方面、机械强度方面、抵抗外来介质和大自然侵蚀以及自老化破坏等各种性能。

3. 涂料分析与检测常用技术指标

涂料的性能是多方面的，为了评价涂料具有什么样的性能，多年来创造和制定了许多的试验方法，从不同角度和方面对涂料性能进行考查，并尽量用数值来表示。这些表示值就成为代表涂料某一方面性能的指示数值，即产品的技术指标。将主要的涂料产品技术指标所规定的数值综合起来以表示涂料的性能，就构成了涂料产品的标准。作为标准来说，它具有统一性、科学性、广泛性、约束性和可行性。技术指标又是以指定的检测方法的测定结果来表示。一个涂料产品研制和生产出来，要制定产品标准，作为评定产品的依据。

经过多年的实践，分别给予适当的名称来表示某一方面的涂料性能。例如涂料物理状态方面的有密度、黏度等，涂膜的光学性质方面的有光泽、颜色等；力学性能方面的有硬度、柔韧性等。随着涂料品种的发展，表示涂料性能的具体项目逐渐增加，现代的涂料性能的内容逐步接近涂料的实际要求。

4. 涂料分析与检测的标准

(1) 标准的分类 根据标准协调统一的范围及适用范围的不同，可分为国际标准、区域性标准、国家标准、行业标准、地方标准、企业标准六类。按照标准化对象，通常把标准分为技术标准、管理标准和工作标准三大类。技术标准是指对标准化领域中需要协调统一的技术事项所制定的标准。技术标准包括基础技术标准、产品标准、工艺标准、检测试验方法标准及安全、卫生、环保标准等。管理标准是指对标准化领域中需要协调统一的管理事项所制定的标准。管理标准包括管理基础标准、技术管理标准、经济管理标准、行政管理标准、生产经营管理标准等。工作标准是指对工作的

责任、权利、范围、质量要求、程序、效果、检查方法、考核办法所制定的标准。工作标准一般包括部门工作标准和岗位(个人)工作标准。

(2) 标准的来源 涂料分析与检测的标准有国际标准、国外标准以及国家标准之分,这些标准可以在中国标准化研究院标准馆进行查找。

① 国家标准 中国国家标准按标准性质,可以分为强制性标准和推荐性标准。保障人体健康以及人身、财产安全的标准和法律、行政法规规定强制执行的标准是强制性标准,其他标准是推荐性标准。此外,还有中国国家标准委行业标准。我国现行涂料基础标准见附录一,现行涂料产品标准见附录二,现行涂料方法标准见附录三,现行涂料安全标准见附录四,近年已废止的涂料标准见附录五。

② 国际标准及国外标准 国际标准化组织(ISO)、国际电工委员会(IEC)、国际电信联盟(ITU)等70多个国际和区域性标准化组织的标准,美国、英国、法国、俄罗斯等60多个国家的国际标准,日本的JISK类标准;美国材料与试验协会(ASTM)、美国电气与电子工程师专业协会(学会)的标准等。ASTM标准按内容分为试验方法标准(Test Method)、规格/技术指标标准(Specification)、操作/实施规程标准(Practice)、导则标准(Guide)、分类标准(Classification)、术语标准(Terminology)6类。ASTM标准编号:标准代号ASTM+类号+序号+制定年份,有关涂料的标准大都归在“D”类。

(3) 标准的管理与机构

① 中国标准化工作实行统一管理与分工负责相结合的管理体制。按照国务院授权,在国家质量监督检验检疫总局管理下,国家标准化管理委员会(中华人民共和国国家标准化管理局)统一管理全国标准化工作。国务院有关行政主管部门和国务院授权的有关行业协会分工管理本部门、本行业的标准化工作。经国家标准化管理委员会批准组建,全国涂料和颜料标准化技术委员会(以下简称标委会)在涂料和颜料专业领域内从事全国性标准化工作的技术组

织，负责涂料和颜料专业技术领域的标准化技术归口工作。标委会的主要工作内容包括：提出涂料和颜料专业标准化工作方针和政策的建议；提出涂料和颜料专业制修订国家标准及行业标准的长远规划与年度计划；组织制定涂料和颜料专业标准系表；组织涂料和颜料国家标准和行业标准的制修订、清理整顿及实施调查；组织参加国际标准化组织的活动并参与国际标准的制定；负责涂料和颜料国家标准和行业标准的宣贯及解释；提供相关标准化信息和资料；负责检验用标准样品的研制及发放；提供其他标准化咨询服务。

②“美国材料与试验协会”（American Society for Testing and Materials, ASTM）。ASTM 是一个非政府的、非营利性的组织，目前它已发展为一个国际性的机构，成为世界最大的标准团体之一。它拥有 35000 多位会员，其中有 5000 名以上会员是来自世界 100 多个国家的专家。100 多年来，ASTM 已经制定了 1.1 万多套标准，涉及材料、涂料、塑料、纺织、石油、建筑、能源、环境、消费用品、医疗设备和装置、计算机控制系统、电子学等领域。ASTM 的标准和规范不是国家强制性标准和规范，但因其具有广泛代表性，业界都约定俗成应用和执行它颁布的技术标准和相关规范。在美国有相当数量的 ASTM 标准由于政府的规范指定而在一定范围内成为强制性标准。现行 ANSI 中约有半数来自 ASTM 标准，钢铁产品方面全部采用 ASTM 标准。40% 的 ASTM 标准已经被美国以外的国家所购买或采用，这些标准深深地影响着人们生活的每一个方面。

三、涂料分析与检测的特点

1. 涂料分析与检测的特点

根据涂料产品及应用特性，涂料检验归纳起来有以下 6 个方面特点。

(1) 涂料检测的重点是检测涂膜的性能，而对涂料产品本身状态的检测主要是考察产品质量的一致性。因而在涂料的成膜过程和成膜后性能的检测是对涂料产品品种质量评判的基础，是考核涂料质量的主要内容。这方面的检测方法发展得最多最快。