

ICS 87.040
Q 25

JG

中华人民共和国建筑工业行业标准

JG/T 415—2013

建筑防火涂料有害物质限量及检测方法

Limit and test method of harmful substances in fire-retardant coating

2013-09-29 发布

2014-02-01 实施

中华人民共和国住房和城乡建设部 发布

中华人民共和国建筑工业
行 业 标 准
建筑防火涂料有害物质限量及检测方法
JG/T 415—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946

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 0.75 字数 18 千字
2013年12月第一版 2013年12月第一次印刷

*

书号: 155066·2-26317 定价 16.00 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)68510107

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由住房和城乡建设部标准定额研究所提出。

本标准由住房和城乡建设部建筑制品与构配件标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位：中国建筑科学研究院。

本标准参加起草单位：国家化学建筑材料测试中心(建工测试部)、国家环境分析测试中心、上海市建筑科学研究院(集团)有限公司、广东省建筑科学研究院、北京茂源防火材料厂、北京金隅涂料有限责任公司、上海奥可斯涂料有限公司、北京昊天防火材料厂、北京鑫森润泽消防工程有限责任公司。

本标准主要起草人：李丛笑、袁扬、龚万森、王志霞、崔伟伟、马道贞、朱春玲、董亮、胡晓珍、梁缉攀、孙佳福、张连松、李严、徐宝惠、马连民。

建筑防火涂料有害物质限量及检测方法

1 范围

本标准规定了建筑防火涂料有害物质限量的技术要求和试验方法。

本标准适用于室内用建筑防火涂料的有害物质限量及检测,包含饰面型防火涂料、钢结构防火涂料、混凝土结构防火涂料、电缆防火涂料等。

室外用建筑防火涂料有害物质限量及检测可参照执行。

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 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 1725 色漆、清漆和塑料 不挥发物含量的测定

GB/T 3186 色漆、清漆和色漆与清漆用原材料 取样

GB 6566 建筑材料放射性核素限量

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6750 色漆和清漆 密度的测定 比重瓶法

GB 18582—2008 室内装饰装修材料 内墙涂料中有害物质限量

GB/T 23992 涂料中氯代烃含量的测定 气相色谱法

GB/T 23993 水性涂料中甲醛含量的测定 乙酰丙酮分光光度法

3 技术要求

3.1 建筑防火涂料有害物质限量应符合表 1 的规定。

表 1 有害物质限量要求

项 目	限量值		
	膨胀型 ^a		非膨胀型 ^a
	溶剂型	水性	
游离甲醛/(mg/kg)	—	≤100	≤100
可释放氨的量/%	≤0.50		≤0.10
挥发性有机化合物(VOC)/(g/L)	≤500	≤80	≤80
苯/(g/kg)	≤1.0	≤0.30	≤0.30
甲苯、乙苯、二甲苯总和/(g/kg)	≤100		
卤代烃(二氯甲烷、1,1-二氯乙烷、1,2-二氯乙烷、三氯甲烷、1,1,1-三氯乙烷、1,1,2-三氯乙烷和四氯化碳)总量/(g/kg)	≤1.0	≤0.5	≤0.5

表 1 (续)

项 目		限量值		
		膨胀型 ^a		非膨胀型 ^a
		溶剂型	水性	
可溶性重金属/ (mg/kg)	铅 Pb	≤90		
	镉 Cd	≤75		
	铬 Cr	≤60		
	汞 Hg	≤60		
放射性 ^b	内照射指数 I_{Ra}	≤1.0		
	外照射指数 I_{γ}	≤1.3		
^a 多组分样品,按产品规定的配比混合后测试,当配比为某一范围时,应按水用量最小、乳液和溶剂用量最大的配比混合后测试。 ^b 放射性检测仪针对粉末状涂料(多组分涂料,仅检测粉末状组分)。				

3.2 本标准所列所有限量要求项目均纳入相应产品的型式检验项目。

4 试验方法

4.1 取样

按 GB/T 3186 的规定进行。样品分为两份,一份密封保存,另一份作为检验用样品。

4.2 游离甲醛

按 GB/T 23993 的规定进行,其中乙酰丙酮溶液选用 0.5%(体积分数)浓度。

0.5%(体积分数)乙酰丙酮溶液的配制:称取 25 g 乙酸胺(分析纯),加适量水溶解,加 3 mL 冰乙酸(分析纯)和 0.5 mL 已蒸馏过的乙酰丙酮试剂(分析纯),移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,调整 pH=6,此溶液于(2~5)°C 贮存,可稳定一个月。

4.3 可释放氨的量

按附录 A 的规定进行。

4.4 挥发性有机化合物(VOC)和苯、甲苯、乙苯、二甲苯

膨胀型水性防火涂料和非膨胀型防火涂料按 GB 18582—2008 附录 A 和附录 B 的规定进行。膨胀型溶剂型防火涂料按附录 B 的规定进行。

4.5 卤代烃总量

按 GB/T 23992 的规定进行,定量化合物包含二氯甲烷、1,1-二氯乙烷、1,2-二氯乙烷、三氯甲烷、1,1,1-三氯乙烷、1,1,2-三氯乙烷和四氯化碳。

4.6 可溶性重金属

按 GB 18582—2008 附录 D 的规定进行。试验仪器可选择原子吸收光谱仪、电感耦合等离子体原子发射光谱仪等。

4.7 放射性

按 GB 6566 的规定进行。

附录 A

(规范性附录)

防火涂料中可释放氨的量试验方法

A.1 原理

从样品溶液中蒸馏出氨,用过量硫酸标准溶液吸收,以甲基红-亚甲基蓝混合液为指示剂,用氢氧化钠标准溶液滴定过量的硫酸。

A.2 材料和试剂

- A.2.1 除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682—2008 中的三级水。
- A.2.2 硫酸标准溶液: $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=0.2\text{ mol/L}$ 。
- A.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.2\text{ mol/L}$ 。
- A.2.4 甲基红指示剂。
- A.2.5 亚甲基蓝指示剂。
- A.2.6 无水乙醇。
- A.2.7 广泛 pH 试纸。

A.3 仪器设备

- A.3.1 分析天平:精度 0.001 g。
- A.3.2 蒸馏装置:500 mL 玻璃蒸馏瓶,500 mL 电加热套,蛇形冷凝管,馏分接收器(500 mL 锥形瓶)。
- A.3.3 300 mL 烧杯。
- A.3.4 20 mL 移液管。
- A.3.5 50 mL 碱式滴定管。
- A.3.6 250 mL 量筒。

A.4 测试步骤

A.4.1 标准溶液的配制与标定

- A.4.1.1 按照 GB/T 601—2002 中 4.3 的规定配制硫酸标准溶液(A.2.2)。
- A.4.1.2 按照 GB/T 601—2002 中 4.1 的规定配制和标定氢氧化钠标准滴定溶液(A.2.3)。

A.4.2 甲基红-亚甲基蓝混合指示剂的配制

- A.4.2.1 将 0.1 g 甲基红(A.2.4)溶于 50 mL 无水乙醇(A.2.6)中,得到 2 g/L 甲基红乙醇溶液。
- A.4.2.2 将 0.05 g 亚甲基蓝(A.2.5)溶于 50 mL 无水乙醇(A.2.6)中,得到 1 g/L 亚甲基蓝乙醇溶液。
- A.4.2.3 将 50 mL 甲基红乙醇溶液(2 g/L)和 50 mL 亚甲基蓝乙醇溶液(1 g/L)混合得到的即为甲基

红-亚甲基蓝混合指示剂。

A. 4. 3 试样的处理

A. 4. 3. 1 水性涂料及粉末涂料

将试样搅拌均匀,分别称取两份约 5 g 试样(精确至 0. 001 g),放入两个 300 mL 烧杯中,用 200 mL 水将试样移至 500 mL 玻璃蒸馏瓶中,加入几粒防爆玻璃珠,备用。

A. 4. 3. 2 溶剂型涂料

将试样搅拌均匀,分别称取两份约 5 g 试样(精确至 0. 001 g),放入两个 300 mL 烧杯中,加入 10 mL 乙酸乙酯溶解样品,并移入 500 mL 玻璃蒸馏瓶中,再加入 200 mL 水,加入几粒防爆玻璃珠,备用。

A. 4. 4 蒸馏

A. 4. 4. 1 用移液管准确移取 20 mL 硫酸标准溶液(A. 2. 2)于 500 mL 锥形瓶中,加入 3~4 滴混合指示剂(A. 4. 2),将馏出液出口浸入硫酸溶液中。

A. 4. 4. 2 检查蒸馏装置连接无误且密封良好后,打开冷凝水,加热蒸馏。收集蒸馏液达 180 mL 后停止加热,用水冲洗冷凝管,并将洗涤液收集入锥形瓶中。溶剂型试样用吸管吸出上层的大部分乙酸乙酯。

A. 4. 5 滴定

用 0. 2 mol/L 的氢氧化钠标准滴定溶液(A. 2. 3)回滴过量的硫酸标准溶液。直至指示剂由亮紫色变为灰绿色。记录消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积 V_1 。

A. 4. 6 空白试验

在测定的同时,按同样的步骤、试剂和用量,不加试料进行平行操作,记录消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积 V_2 。

A. 5 结果计算

A. 5. 1 防火涂料中释放氨的量,以氨的质量分数表示,按式(A. 1)计算:

$$X_{\text{氨}} = \frac{(V_2 - V_1) \times c \times 0. 017\ 03}{m} \times 100\% \dots\dots\dots(A. 1)$$

式中:

- $X_{\text{氨}}$ —— 防火涂料中释放氨的量;
- V_2 —— 空白试验消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
- V_1 —— 滴定试样馏出液消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
- c —— 氢氧化钠标准滴定溶液的浓度准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- 0. 017 03 —— 与 1. 00 mL 氢氧化钠标准溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1. 000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氨的质量;
- m —— 试样质量,单位为克(g)。

A. 5. 2 取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对值差值大于 0. 03% 时,需重新测定。

附录 B (规范性附录)

溶剂型防火涂料中挥发性有机化合物及苯、甲苯、乙苯和二甲苯含量的测定

B.1 原理

试样经溶剂稀释后直接注入气相色谱仪中,经色谱柱分离后,以内标法定量试样中沸点大于 250 °C 的有机化合物及苯、甲苯、乙苯和二甲苯的含量,VOC 含量为挥发物含量扣除试样中沸点大于 250 °C 的有机化合物的含量。

B.2 材料和试剂

B.2.1 载气:氮气,纯度 $\geq 99.995\%$ 。

B.2.2 燃气:氢气,纯度 $\geq 99.995\%$ 。

B.2.3 助燃气:空气。

B.2.4 辅助气体(隔垫吹扫和尾吹气):与载气具有相同性质的氮气。

B.2.5 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的其他成分完全分离,纯度至少为 99%(质量分数),或已知纯度。如:邻苯二甲酸二甲酯、邻苯二甲酸二乙酯。

B.2.6 校准化合物

苯、甲苯、乙苯、二甲苯及定性出的沸点高于 250 °C 的有机化合物各组分,纯度至少为 99%(质量分数)或已知纯度。

B.2.7 稀释溶剂

用于稀释试样的有机溶剂,不含有任何干扰测试的物质,纯度至少为 99%(质量分数)或已知纯度。例如乙酸乙酯等。

B.2.8 标记物

用于按 VOC 定义区分 VOC 组分与非 VOC 组分的化合物。本标准中为己二酸二乙酯(沸点 251 °C)。

B.3 仪器设备

B.3.1 气相色谱仪,具有以下配置:

B.3.1.1 分流装置的进样口,并且汽化室内衬可更换。

B.3.1.2 程序升温控制器。

B.3.1.3 检测器。可以使用下列两种检测器中的任意一种:

B.3.1.3.1 火焰离子化检测器(FID)。

B.3.1.3.2 已校准并调谐过的质谱仪或其他质量选择检测器。

B.3.1.4 色谱柱:应能使被测物足够分离,如 6%腈丙苯基 94%二甲基聚硅氧烷毛细柱、聚二甲基硅氧烷毛细柱或相当型号。

B.3.2 进样器:容量至少应为进样量的两倍。

B.3.3 配样瓶:约 10 mL 的玻璃瓶,具有可密封的瓶盖。

B.3.4 天平:精度 0.1 mg。

B.4 气相色谱测试条件

B.4.1 色谱条件 1

色谱柱:聚二甲基硅氧烷毛细柱,30 m×0.25 mm×0.25 μm;
进样口温度:300 ℃;
检测器温度:300 ℃;
柱温:程序升温,50 ℃保持 10 min,然后以 10 ℃/min 升至 290 ℃保持 15 min;
分流比:分流进样,分流比可调;
进样量:1.0 μL。

B.4.2 色谱条件 2

色谱柱:6% 腈丙苯基 94% 二甲基聚硅氧烷毛细柱,60 m×0.32 mm×1.0 μm;
进样口温度:300 ℃;
检测器温度:300 ℃;
柱温:程序升温,50 ℃保持 10 min,然后以 10 ℃/min 升至 290 ℃保持 15 min;
分流比:分流进样,分流比可调;
进样量:1.0 μL。

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。

B.5 测试步骤

所有实验进行二次平行测定。

B.5.1 密度

按产品明示的施工配比制备混合试样,搅拌均匀后,按 GB/T 6750 的规定测定试样的密度。试验温度:(23±2)℃。

B.5.2 挥发物含量

按产品明示的施工配比制备混合试样,搅拌均匀后,按 GB/T 1725 的规定测定试样的不挥发物含量,单位为克每克(g/g),以 1 减去不挥发物含量得出挥发物含量,单位为克每克(g/g)。称取试样量(1±0.1)g,试验条件:(105±2)℃,3 h。

B.5.3 试样中沸点大于 250 ℃有机化合物各组分及苯、甲苯、乙苯和二甲苯的含量的测定

B.5.3.1 色谱仪参数优化

B.5.3.1.1 按 B.4 中的色谱测试条件,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。

B.5.3.1.2 进样量和分流比应相匹配,以免超出色谱柱的容量,并在仪器检测器的线性范围内。

B.5.3.2 定性分析

将标记物(B.2.8)注入色谱仪中,测定其在色谱柱上的保留时间,以便确定色谱图中沸点大于

250 °C有机化合物的积分起点。

按产品明示的施工配比制备混合试样,搅拌均匀后,称取约 2 g 的样品,用适量的稀释溶剂(B. 2. 7)稀释试样,用进样器(B. 3. 2)取 1.0 μL 混合均匀的试样注入色谱仪,记录色谱图,并对每种校准化合物(B. 2. 6)进行定性鉴定。优先选用的方法是气相色谱仪与质量选择检测器(B. 3. 1. 3. 2)联用,并使用 B. 4 中给出的气相色谱测试条件。

B. 5. 3. 3 校准

B. 5. 3. 3. 1 如果校准中用到的化合物都可以购买到,应使用下列方法测定其相对校正因子。

B. 5. 3. 3. 2 校准样品的配置:分别称取一定量(精确至 0.1 mg)定性鉴定出的各种校准化合物于配样瓶(B. 3. 3),称取的质量与待测试样中所含的各种化合物的含量应在同一数量级;再称取与待测化合物相同数量级的内标物(B. 2. 5)于同一配样瓶中,用适量稀释溶剂(B. 2. 7)稀释混合物,密封配样瓶并摇匀。

B. 5. 3. 3. 3 相对校正因子的测试:在与测试试样相同的色谱测试条件下按 B. 5. 3. 1 的规定优化仪器参数。将适量的校准混合物注入气相色谱仪中,记录色谱图,按式(B. 1)分别计算每种化合物的相对校正因子:

$$R_i = \frac{m_{ci} \times A_{is}}{m_{is} \times A_{ci}} \dots\dots\dots (B. 1)$$

式中:

R_i ——化合物 i 的相对校正因子;

m_{ci} ——校准混合物中化合物 i 的质量,单位为克(g);

A_{is} ——内标物的峰面积;

m_{is} ——校准混合物中内标物的质量,单位为克(g);

A_{ci} ——化合物 i 的峰面积。

测定结果保留 3 位有效数字。

B. 5. 3. 4 若出现未能定性的色谱峰或者校准用的有机化合物未商品化,则假设其相对于邻苯二甲酸二甲酯的校正因子为 1.0。

B. 5. 4 试样的测试

B. 5. 4. 1 试样的配制:按产品明示的施工配比制备混合试样,搅拌均匀后,称取试样约 1 g(精确至 0.1 mg)以及与被测化合物相同数量级的内标物(B. 2. 5)与配样瓶(B. 3. 3)中,加入适量稀释溶剂(B. 2. 7)于同一配样瓶中稀释试样,密封配样瓶并摇匀。

B. 5. 4. 2 按校准时的最优化条件设定仪器参数。

B. 5. 4. 3 将标记物(B. 2. 8)注入气相色谱仪中,记录其在色谱柱上的保留时间,以便确定沸点大于 250 °C的有机化合物在色谱图中的积分起点。

B. 5. 4. 4 将 1.0 μL 按 B. 5. 4. 1 配制的试样注入气相色谱仪中,记录色谱图,然后按式(B. 2)分别计算试样中所含被测化合物(沸点大于 250 °C的有机化合物各组分及苯、甲苯、乙苯和二甲苯)的含量:

$$\omega_i = \frac{m_{is} \times A_i \times R_i}{m_s \times A_{is}} \dots\dots\dots (B. 2)$$

式中:

ω_i ——试样中被测化合物 i 的质量分数,单位为克每克(g/g);

R_i ——被测化合物 i 的相对校正因子;

m_{is} ——内标物的质量,单位为克(g);

m_s ——试样的质量,单位为克(g);

A_i —— 被测化合物 i 的峰面积；

A_{is} —— 内标物的峰面积。

如遇到采用 B. 4 中的色谱测试条件不能有效分离的被测化合物而难以准确定量测定时，可换用其他类型的色谱柱(见 B. 3. 1. 4 所列)或色谱测试条件，使被测化合物有效分离后再定量测定。

平均测定两次， ω_i 值取两次测试结果的平均值。

B. 5. 4. 5 苯、甲苯、乙苯和二甲苯总和的计算：

先按式(B. 2)分别计算苯、甲苯、乙苯和二甲苯各自的质量分数 ω_i ，然后按式(B. 3)计算产品中苯、甲苯、乙苯和二甲苯含量的总和。

$$\omega_b = \sum_{i=1} \omega_i \times 1\ 000 \quad \dots\dots\dots(B. 3)$$

式中：

ω_b —— 试样中苯、甲苯、乙苯和二甲苯总和的含量，单位为克每千克(g/kg)；

ω_i —— 试样中被测组分(苯、甲苯、乙苯和二甲苯)的质量分数，单位为克每克(g/g)。

B. 5. 4. 6 试样中沸点大于 250 °C 的有机化合物的含量按式(B. 4)计算：

$$\omega_{\text{沸}} = \sum_{i=1} \omega_{\text{沸}i} \quad \dots\dots\dots(B. 4)$$

式中：

$\omega_{\text{沸}i}$ —— 试样中沸点大于 250 °C 的有机化合物 i 的质量分数，单位为克每克(g/g)；

$\omega_{\text{沸}}$ —— 试样中沸点大于 250 °C 的有机化合物的质量分数，单位为克每克(g/g)。

B. 5. 4. 7 试样中沸点小于等于 250 °C 的有机化合物的含量按式(B. 5)计算：

$$\rho(\text{VOC}) = (\omega - \omega_{\text{沸}}) \times \rho_s \times 1\ 000 \quad \dots\dots\dots(B. 5)$$

式中：

$\rho(\text{VOC})$ —— 试样中沸点小于或等于 250 °C 的 VOC 含量，单位为克每升(g/L)；

ω —— 试样中挥发物含量的质量分数，单位为克每克(g/g)；

$\omega_{\text{沸}}$ —— 试样中沸点大于 250 °C 的有机化合物的质量分数，单位为克每克(g/g)；

ρ_s —— 试样的密度，单位为克每毫升(g/mL)；

1 000 —— 转换因子。

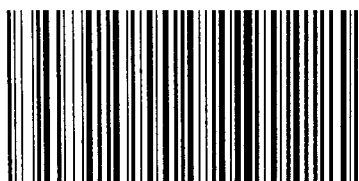
B. 6 精密度

B. 6. 1 重复性

同一操作者二次测试结果的相对偏差应小于 5%。

B. 6. 2 再现性

不同的实验室间测试结果的相对偏差应小于 10%。



JG/T 415-2013

版权专有 侵权必究

*

书号：155066 · 2-26317

定价：16.00 元