



名称: D 6580-00(2009 年修订)

# 锌粉颜料及富锌漆干膜中金属锌含量测定的标准方法<sup>1</sup>

本标准是按预先定好的 D6580 指示颁布发行的, 代号后面所紧跟着的数字表示最初的采用年份, 如果是修订本, 则表示过去最近一次修订的年份。圆括号里的数字表示过去最近一次重新批准的年份。写在上面的希腊字母则表示自过去最近一次修订或重新批准后经历的编辑上的修改。

## 1、范围

- 1.1 本标准阐明了采用差示扫描量热法 (DSC) 测定锌粉颜料及富锌漆干膜中金属锌含量的方法。本标准测试方法对于有机富锌涂层或无机富锌涂层均是合适的。
- 1.2 本标准中所有数值单位均采用国际标准(SI)单位, 括号内的数值是仅是为了提供更多信息。
- 1.3 本标准未标明所有安全问题, 如有安全问题, 本标准使用者在操作前需要经过必要的安全、健康和检测训练。

## 2、引用文件

### 2.1 ASTM 标准

D521 锌粉 (金属锌粉末) 化学分析测试方法

E691 测定试验方法精密性进行实验室间研究的标准规范

## 3、测试方法概要

- 3.1 将锌粉或固化的富锌漆干膜在研钵中粉碎, 然后将粉末仔细称量入差示扫描量热器的样品盘中。将样品盘密封, 启动差示扫描量热仪以单独动态升温步骤进行分析, 温度范围为 370°C 至 435°C, 升温速率 10°C/min, 通入氮气保护。样品中金属锌的百分含量是通过检测样品在 419°C (该温度为锌粉熔融温度) 时的吸收峰值并与熔融的纯锌粉的吸收峰值进行对比得出的。

## 4、意义和应用

- 4.1 本标准测试方法可有效测量锌粉及富锌漆 (有机富锌漆或无机富锌漆) 干膜中金属

锌含量。D521 测试方法对于分析锌粉中金属锌含量是有效的,但不适用于分析富锌漆干膜中金属锌含量。

## 5、干扰因素

- 5.1 增加或降低加热速率对测试结果有轻微影响,然而这个影响是极小的,只要锌标准样和测试样品经历同样的加热速率。
- 5.2 热量计日常校准采用高纯度铝箔可改善测试结果。试剂级锌颗粒或锌粉纯度不足,不适合在校准仪器时使用。而且,每片高纯度铝箔在校准仪器时仅可使用一次。  
警告:使用同一片高纯度铝箔多次校准仪器,可导致错误测试结果。因为铝箔在高温下会氧化,另外铝制样品盘的铝离子对高纯度铝箔会产生杂质影响。
- 5.3 获得准确和可重现的结果的重要步骤是在样品盘底部均匀的放置样品,并仔细放置样品盘,避免样品喷出。

## 6、仪器

- 6.1 差示扫描量热仪,连续加热型或热量补偿型,升温速率至少为  $10\pm 1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ,并能自动记录样品和参比样的热量输入差异,以满足敏感度和精确度。
- 6.2 样品盘——铝材或其他高导热系数的金属材料盘都是合适的。密封样品盘的方法和设备也是必要的。
- 6.3 参比样——适合校准 DSC 的高纯度铝箔可从各仪器供应商处得到。
- 6.4 氮气,或其他惰性气体,以保护样品。
- 6.5 微量天平,称量精确度能达到  $10\mu\text{g}$ 。
- 6.6 研钵和杵,直径接近  $29\text{mm}$  的玛瑙研钵和杵是符合要求的。

## 7、校准

- 7.1 仪器应采用其说明书中描述的热循环进行校准。另外,作为仪器标准校正的一部分,应使用高纯度铝箔参比样,在精度为  $10\mu\text{g}$  的微量天平上向标准铝制样品盘中称取约  $3\text{-}6\text{mg}$  高纯度铝箔,样品盘应用铝制盖子密封。参比样在氮气保护下,以  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$  动态升温程序对仪器校准,升温范围为  $370^{\circ}\text{C}$  至  $435^{\circ}\text{C}$ 。
- 7.2 如上述分析过程所述,由于锌粉熔融,高纯度铝箔参比样在  $419^{\circ}\text{C}$  有一个明显的吸热峰。吸热峰下面积 ( $\text{J/g}$ ) 可通过电子的或人工方式计算,应非常接近纯锌粉的吸热峰面积,  $108 \text{ J/g}$ 。

## 8、操作步骤

- 8.1 如为颜料样品,应首先对容器中的颜料样品进行充分搅拌,接着在标准铝制样品盘中

称入 3-6mg 颜料样品(精确至 10 $\mu$ g),并密封样品盘。如为干漆膜,推荐采用刀片或刀片状小刀在底材上割取漆膜,底材面积应不小于 12.7mm $\times$ 12.7mm,将割下的漆膜放入标准铝制样品盘中,称取 3-6mg,并密封样品盘。

8.2 样品应在氮气保护下,在 370 $^{\circ}$ C至 435 $^{\circ}$ C温度范围,以 10 $^{\circ}$ C/min 的动态升温速率进行分析。测试样品的吸热峰下面积取决于样品锌粉熔融,以 J/g 表示,其峰型应与锌箔标准参比样相同。分析应进行三次,测试结果由熔融热的平均值得到。

## 9、计算

9.1 采用下列公式计算样品中金属锌百分含量:

$$\text{金属锌百分含量} = (X/108) \times 100$$

其中: X 为样品熔融热,以 J/g 表示。

## 10、报告

10.1 报告应包含以下内容:

10.1.1 被测试材料的性能和状态的完整描述,包括制造商代码等信息(如果知道)。

10.1.2 测试所用仪器的描述

10.1.3 校准过程描述。

## 11、精确度和误差

11.1 该测试方法的实验室间评价采用三个实验室和四种材料,参照 E691 标准,结果如表 I 所示。其中 Sr 和 r 是实验室标准差和可重复性,SR 和 R 是多实验室间标准差和重复性:材料 I 和 II 代表两种无机富锌涂料,而 III 和 IV 代表两个有机富锌涂料。

11.2 在此基础上,下列标准应当用于判断结果的可接受:

11.2.1 再现性(单分析员)——单一测试过程的标准偏差值为 2.8%。两个 95%的限制等之间偏差为 7.8%。

11.2.2 再现性(实验室间)——不同实验室间分析员获得结果(由三次测试结果平均所得)的偏差系数为 5.0%,两个 95%的限制等之间偏差为 13.9%。

11.2.3 偏置偏差——不能确定,因为没有提供标准物质。

## 12、关键词

12.1 差示扫描量热仪,金属锌,锌粉颜料,富锌底漆

表 I 多试验室间精确度数据摘要

材料	平均值	Sr	SR	r	R
I	84.1000	1.9156	3.9497	5.3636	11.0591
II	71.8264	1.7122	4.8757	4.7943	13.6520
III	82.5222	2.0552	2.6453	5.7546	7.4068
IV	69.3944	2.7797	3.5989	7.7831	10.0768

注 1: 循环测试显示, 没有证据表明涂层基料的高温分解过程对锌粉熔融测试过程有干扰, 可能为基料未高温分解或在仪器扫描前已经分解, 或该涂层中所含基料可忽略不计。如对基料干扰有怀疑, 分析员应测试一个无基料的空白样(无锌粉颜料)以确保测试过程不受影响。

Zblhx84 注: 有关锌粉及富锌底漆的标准:

- 1、ISO 3549-2002 色漆用锌粉颜料-技术要求和试验方法
- 2、ASTM D 520-00(2005) 锌粉颜料技术要求
- 3、GB/T 6890-2000 锌粉
- 4、SSPC Paint-20 富锌底漆
- 5、HG/T 3668-2000 富锌底漆
- 6、JIS K 5552—1991《富锌底漆》
- 7、GJB 4063-2000 舰船富锌防锈底漆通用规范

不同行业对富锌底漆还另有规定, 比如储罐 (GB50393-2008)、铁道桥梁 (TB/T 1527、TB/T 2772)、公路桥梁 (JT/T 722-2008)、集装箱 (JH/T E01-2008) 等等。