



中华人民共和国国家标准

GB/T 3184—2008
代替 GB/T 3184—1993

铬酸铅颜料和钼铬酸铅颜料

Lead chromate pigments and lead
chromate-molybdate pigments

(ISO 3711:1990, Lead chromate pigments and lead
chromate-molybdate pigments—Specifications and
methods of test, MOD)

2008-05-14 发布

2008-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准修改采用国际标准 ISO 3711:1990《铬酸铅颜料和钼铬酸铅颜料——规格和试验方法》(英文版)。

本标准根据国际标准 ISO 3711:1990《铬酸铅颜料和钼铬酸铅颜料——规格和试验方法》重新起草。

本标准在采用国际标准时进行了修改,这些技术性差异用垂直单线标识在它们所涉及的条款的页边空白处。在附录 A 中给出了技术性差异及其原因的一览表以供参考。

本标准与国际标准 ISO 3711:1990 相比,主要技术差异为:

- 本标准中所用试验方法大部分采用了现行国家标准,其中多数方法系修改或等同采用相应国际标准;
- 本标准中增加了“颜色测定——色度法”;
- 本标准中增加了“相对着色力测定——光度计法”;
- 本标准中增加了“第 8 章 检验规则”和“第 9 章 标志、包装、运输和贮存”;
- 本标准删除了国际标准的前言;
- 本标准删除了国际标准中“可溶性铅含量的测定 双硫脲分光光度法”。

本标准代替 GB/T 3184—1993《铅铬黄》,并作了技术上的修订和编辑性修改。

本标准与 GB/T 3184—1993 相比,主要技术差异为:

- 本标准中适用范围增加了“钼铬酸铅颜料”;
- 本标准中产品分两种类型,即标准型(1 型)和稳定型(2 型),GB/T 3184—1993 中按颜色不同分 5 个品种,每个品种又分 2 个等级;
- 本标准中采用“商定参照颜料”,GB/T 3184—1993 中采用选定的“标准样”;
- 本标准中增加了“在 0.07 mol/L HCl 中可溶性铅含量”测定项目;
- 本标准中删除了“铬酸铅含量”测定项目;
- 本标准中“颜色”、“相对着色力”、“易分散程度”、“耐光性”、“吸油量”等项目指标均为商定指标或与商定参照颜料比较,GB/T 3184—1993 中均规定了具体指标;
- 本标准中增加了“颜色测定——色度法”;
- 本标准中增加了“相对着色力测定——光度计法”;
- 本标准中改变了“筛余物”、“耐光性”测定的方法;
- 本标准中增加了“总铅含量测定——滴定分析法”。

本标准的附录 A 为资料性附录。

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:中化建常州涂料化工研究院、上海铬黄颜料厂、江苏双乐化工颜料有限公司、重庆江南化工有限责任公司、新乡海伦颜料有限公司、山东蓬莱新光颜料化工有限公司。

本标准主要起草人:黄逸东、沈苏江、刘静萍、葛扣根、李洪、杜昌林、赵强林。

本标准于 1982 年首次发布,1993 年第一次修订,本次为第二次修订。

铬酸铅颜料和钼铬酸铅颜料

1 范围

本标准规定了铬酸铅颜料和钼铬酸铅颜料的分类、特性要求、试验方法、取样、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于一般用途的铬酸铅颜料和钼铬酸铅颜料。该产品主要用于涂料、塑料、橡胶和油墨等行业。

注：表1中列出了这些颜料的化学成分。

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 1250 极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 1710 颜料耐光性测定法
- GB/T 1717—1986 颜料水悬浮液 pH 值的测定 (eqv ISO 787-9:1981)
- GB/T 1864—1989 颜料颜色的比较 (eqv ISO 787-1:1982)
- 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 5211.1—2003 颜料水溶物测定 冷萃取法 (ISO 787-8:2000, IDT)
- GB/T 5211.3—1985 颜料在 105℃ 挥发物的测定 (eqv ISO 787-2:1981)
- GB/T 5211.13—1986 颜料水萃取液酸碱度的测定 (eqv ISO 787-4:1981)
- GB/T 5211.15—1988 颜料吸油量的测定 (eqv ISO 787-5:1980)
- GB/T 5211.18—1988 颜料筛余物的测定 水法 手工操作 (neq ISO 787-7:1981)
- GB/T 5211.19—1988 着色颜料的相对着色力和冲淡色的测定 目视比较法 (eqv ISO 787-16:1986)
- GB/T 5211.20—1999 在本色体系中白色、黑色和着色颜料颜色的比较 色度法 (eqv ISO 787-25:1993)
- GB/T 9287—1988 颜料易分散程度的比较 振荡法 (eqv ISO 787-20:1975)
- GB/T 13451.2—1992 着色颜料相对着色力和白色颜料相对散射力的测定 光度计法 (idt ISO 787-24:1985)

3 分类

在本标准中，铬酸铅颜料和钼铬酸铅颜料分为下列两种类型：

标准型(1型)：由铬酸铅或碱式铬酸铅组成的黄到红色的颜料，可能含有硫酸铅、钼酸铅或不溶于水的铅共沉淀化合物。其中应无有机着色物和体质颜料。仅在需要控制颜料晶体结构时，可含铝和硅共沉淀化合物等。

稳定型(2型)：由铬酸铅或碱式铬酸铅组成的黄到红色的颜料，可能含有硫酸铅、钼酸铅或不溶于水的铅共沉淀化合物。其中应无有机着色物和体质颜料。此类颜料应含有为了改进颜料性能的物质。如果规定了2型，购方可以要求供方阐明由添加物而改善性能的特点，并说明最低的总铅含量。

4 特性要求

4.1 符合本标准的铬酸铅颜料和铅铬酸铅颜料,其基本要求规定于表 2,条件要求规定于表 3。列于表 3 中的参照颜料和条件要求应通过有关双方的协商来确定。

4.2 商定参照颜料应符合表 2 的要求。

表 1 铬酸铅颜料和铅铬酸铅颜料的化学成分

颜料类型	颜料的色调	颜色索引号	化学成分
铬酸铅	浅黄和柠檬黄	颜料黄 No. 34, 第 2 部分, Ref. 77603	硫代铬酸铅
	黄	颜料黄 No. 34, 第 2 部分, Ref. 77600	铬酸铅
	橙黄	颜料黄 No. 21, 第 2 部分, Ref. 77601	碱式铬酸铅
铅铬酸铅	橙色到红色	颜料红 No. 104, 第 2 部分, Ref. 77605	硫代铅铬酸铅

表 2 基本要求

特 性	要 求	试验方法
105℃挥发物(质量分数)/% 柠檬黄、浅黄和铅铬红 其他	≤2 ≤1	GB/T 5211.3—1985
水溶物(质量分数)(冷萃取法)/%	≤1	GB/T 5211.1—2003, 取 20 g 试样
水萃取液的酸碱度/mL	≤20	GB/T 5211.13—1986, 取 20 g 试样
水悬浮液的 pH 值	4~8	GB/T 1717—1986
筛余物(质量分数)(45 μm)/%	≤0.3	GB/T 5211.18—1988

表 3 条件要求

特 性	要 求	试验方法
颜色 ^a	商定	GB/T 1864—1989(目视法)或 GB/T 5211.20—1999(仪器法)
冲淡色		GB/T 5211.19—1988
相对着色力 ^a		GB/T 5211.19—1988(目视法)或 GB/T 13451.2—1992(仪器法)
易分散程度	不差于商定参照颜料(见 4.2)	GB/T 9287—1988, 在 2.5 min、 5 min, 此后每隔 5 min 测量研磨细度
耐光性	不差于商定参照颜料(见 4.2)	GB/T 1710
吸油量	与商定值之差不大于 15%	GB/T 5211.15—1988
总铅含量(质量分数)(以 Pb 计)/%	与商定值之差不大于 3%	见第 6 章
在 0.07 mol/L HCl 中可溶性铅含量 (质量分数)/%	如需要, 由有关双方商定	见第 7 章
^a 仪器法和目视法可选择使用, 仲裁时选用仪器法。		

5 取样

按 GB/T 3186—2006 的规定取受试产品的代表性样品。

6 总铅含量的测定

本标准规定了两种方法,6.1是重量法,6.2是滴定分析法。采用哪一种方法,应由有关双方商定。有争议时,应使用6.1重量法。

6.1 重量法

6.1.1 原理

将试样溶解于盐酸中,铅以硫化铅形式析出,用重量法测定以硫酸铅沉淀出来的铅,然后用乙酸铵萃取。

6.1.2 试剂

所用试剂均应采用分析纯试剂,并使用符合 GB/T 6682 规定的纯度至少为 3 级的水。

警告——应按照适当的健康和安全规则使用试剂。

6.1.2.1 乙酸铵。

6.1.2.2 硫化氢。

6.1.2.3 酒石酸。

6.1.2.4 硝酸/溴试剂

以溴饱和的 $c(\text{HNO}_3) = 4 \text{ mol/L}$ 的硝酸。

6.1.2.5 浓盐酸,质量分数约为 37%, $\rho \approx 1.19 \text{ g/mL}$ 。

6.1.2.6 浓硫酸,质量分数约为 96%, $\rho \approx 1.84 \text{ g/mL}$ 。

6.1.2.7 稀硫酸

冷却下将 5 mL 浓硫酸(6.1.2.6)加到水中稀释,再加水至(总体积为)100 mL。

6.1.2.8 乙醇,体积分数为 95%。

6.1.2.9 硫化钠,50 g/L 溶液(新配制)。

6.1.2.10 乙酸铵,饱和溶液。

6.1.2.11 氨溶液,质量分数约为 25%, $\rho \approx 0.91 \text{ g/mL}$ 。

6.1.3 仪器设备

普通的实验室仪器,以及下列仪器:

6.1.3.1 烧结(多孔)玻璃坩埚,孔隙度 P16。

6.1.3.2 烧结(多孔)石英坩埚,孔隙度 P16。

6.1.3.3 干燥烘箱,能保持 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 。

6.1.3.4 马弗炉,能保持 $500^\circ\text{C} \pm 20^\circ\text{C}$ 。

6.1.4 操作步骤

平行测定二次。

6.1.4.1 试样

称取约 0.5 g 样品,准确至 0.1 mg。

6.1.4.2 测定

将试样(6.1.4.1)放入 600 mL 的烧杯中,加入 2 mL 乙醇(6.1.2.8)作还原剂,再加入 100 mL 水和 15 mL 盐酸(6.1.2.5)。用表面皿盖住烧杯,加热至沸。慢慢地沸腾直到所有醛味消失。用热水稀释到 200 mL。趁热通过慢速滤纸过滤该溶液,并用热水充分洗涤滤纸和残留物,直到几滴滤液与硫化钠溶液(6.1.2.9)相遇不显色为止。合并滤液和洗涤液。使其冷却到室温。

搅拌下慢慢地加入氨溶液(6.1.2.11),直到生成不消失的微细沉淀物。然后加 0.5 g 酒石酸(6.1.2.3)和盐酸(6.1.2.5),直到溶液的 pH 值在 1~2 之间。在通风橱里将硫化氢(6.1.2.2)通入溶液中,使其饱和。稀释该溶液到 400 mL,再通硫化氢使其饱和。使沉淀的硫化铅静置,最好过夜。倾出上层清液用轻微抽滤使之通过烧结玻璃坩埚(6.1.3.1)。用经硫化氢饱和的水以倾析法将沉淀物洗涤

一次,用一股硫化氢水流,借助带橡皮头的玻璃棒将沉淀物移至坩埚中。用硫化氢饱和的水洗涤坩埚上的沉淀物 5 次,弃去滤液和洗涤液。

将该烧结玻璃坩埚置于原来的 600 mL 烧杯中,加入硝酸/溴试剂(6.1.2.4)使硫化铅沉淀溶解。用热水冲洗坩埚,将洗涤液收集于同一烧杯中。盖住烧杯,在通风橱里加热该物料,通过另一个烧结玻璃坩埚(6.1.3.1)过滤。

用热水冲洗烧杯、盖和坩埚 5 次,将滤液和洗涤液转移到第二个 600 mL 烧杯中。冷却该溶液,加入 15 mL 浓硫酸(6.1.2.6),小心蒸发该溶液,直至放出浓的白烟。冷却该烧杯和物料,用水冲洗烧杯内壁,再次蒸发物料直至冒白烟。冷却该烧杯,加 40 mL 乙醇(6.1.2.8)和 75 mL 水,并使整体放置隔夜。

将上层清液倾入已称量过的烧结石英坩埚(6.1.3.2),用等分的乙醇和稀硫酸(6.1.2.7)的混合液以倾析法将沉淀物洗涤一次,并用一股相同的洗涤液流,借助带橡皮头的玻璃棒将沉淀物移到坩埚内。用乙醇洗涤沉淀物,直到洗涤液呈中性。在干燥烘箱(6.1.3.3)内干燥坩埚和沉淀物,然后在马弗炉(6.1.3.4)中于(500℃±20℃)加热坩埚。在干燥器中冷却、称量至恒重。

用结晶乙酸铵(6.1.2.1)装满坩埚,通过它慢慢地倒入 50 mL 沸腾的乙酸铵溶液(6.1.2.10)。用热水充分洗涤,直到几滴洗液与硫化钠相遇不显色为止。再按前述方法进行干燥、灼烧、冷却和再称重。

6.1.5 结果的表示

按式(1)计算颜料的总铅含量 $w(\text{Pb})$,以质量分数(%)表示:

$$w(\text{Pb}) = \frac{0.6832 \times m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_0 ——试样的质量,单位为克(g);

m_1 ——沉淀物(PbSO_4)的质量,即用乙酸铵萃取前、后二次称量值之间的差,单位为克(g);

0.6832—— PbSO_4 克数换算成 Pb 克数的系数。

如果总铅含量需要以 PbO 的质量分数(%)表示,则按式(2)计算:

$$w(\text{PbO}) = \frac{0.736 \times m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$w(\text{PbO})$ ——颜料总铅含量,以 PbO 质量分数表示;

m_0 和 m_1 ——意义与上式相同;

0.736—— PbSO_4 克数换算成 PbO 克数的系数。

如果两次测定值之差大于 0.5%(以 Pb 计),则应重做。

计算两次有效测定的平均值。报告其结果,精确到 0.1%。

6.2 滴定分析法(采用电解分离)

6.2.1 原理

将试样溶解于硝酸中,通过电解作用使铅变为二氧化铅而分离出来。将二氧化铅沉淀溶解于硝酸和过氧化氢中,再用 EDTA 溶液来络合滴定铅。

6.2.2 试剂

所用试剂未注明要求时均应采用分析纯试剂,并使用符合 GB/T 6682 规定的纯度至少为 3 级的水。

警告——应按照适当的健康和安规则使用试剂。

6.2.2.1 浓硝酸,质量分数约为 70%, $\rho \approx 1.42 \text{ g/mL}$ 。

6.2.2.2 过氧化氢,质量分数约为 30%的溶液。

6.2.2.3 尿素。

- 6.2.2.4 硝酸铜。
- 6.2.2.5 丙酮。
- 6.2.2.6 EDTA 标准滴定溶液, $c(\text{EDTA})=0.025 \text{ mol/L}$ 。

用乙二胺四乙酸二钠基准物质直接配制。

- 6.2.2.7 二甲酚橙混合物
将 1 g 二甲酚橙加到 100 g 氯化钠(或硝酸钾)中,混匀。
- 6.2.2.8 六次甲基四胺。

6.2.3 仪器

普通实验室仪器,以及下列仪器:

- 6.2.3.1 电解设备。
- 6.2.3.2 铂电极。

6.2.4 操作步骤

平行测定二次。

6.2.4.1 试样

称取约 0.25 g 样品,准确至 0.1 mg。

6.2.4.2 试验溶液的制备

将试样(6.2.4.1)置于 250 mL 高型烧杯中,加 10 mL 硝酸(6.2.2.1)、10 mL 水和少量硝酸铜(6.2.2.4)。

加热至试样溶解。加 10 滴过氧化氢溶液(6.2.2.2),缓缓煮沸 10 min。用约 50 mL 水稀释,再加 5 mL 硝酸和少量尿素(6.2.2.3),加热至沸。

注:在这一步可能会留有少量不溶性残余物,但它与测定无关。

6.2.4.3 采用电解方法分离以 PbO_2 形式分离铅。

注:电解时的最佳电压取决于所用的设备,一般在 1.6 V~2.8 V 之间。因此,为确定所用设备待施加的最佳电压,应使用已知铅含量的铬酸铅,进行预先试验。所谓最佳电压是指在该电压下,二氧化铅沉淀完全,没有明显气泡生成。

以下说明中所给的电压只是例子。

电解前,将铂电极(阳极)(6.2.3.2)浸入丙酮(6.2.2.5)中,以除去油脂。在 2 V 电压下开始电解,无任何搅拌。几秒钟后,当出现沉淀时,降低电压到 1.6 V~1.7 V。继续电解,慢慢地搅拌,于约 80℃ 下保持 30 min。30 min 后,将烧杯提高 1 cm~2 cm,再继续电解 15 min。然后把烧杯放回原来位置,用目视法检验曝露部分电极上有无二氧化铅沉淀。如果有沉淀物生成,则继续电解 15 min。

电解完成后,从溶液中慢慢提出电极,但施加的电压不变。同时用洗瓶以一股水流冲洗电极。

6.2.4.4 用络合滴定法测定铅

注:当存在铟和铋时,电解时会部分地沉淀出铟和铋的氧化物。但是,这些元素不影响铅的滴定测定。

将沉积有二氧化铅(见 6.2.4.3)的铂电极浸于盛有 150 mL 水,3 mL 硝酸(6.2.2.1)及 2 mL 过氧化氢溶液(6.2.2.2)的 250 mL 烧杯中 15 min。沉淀物会迅速溶解。从溶液中取出铂电极,同时用水进行冲洗。将溶液蒸发到约 50 mL,使所有剩余的过氧化氢分解。然后加约 100 mL 水。

加入 0.1 g 二甲酚橙混合物(6.2.2.7)后,再加入少量六次甲基四胺(6.2.2.8)直至溶液颜色由黄色变为粉红色。再加过量 0.4 g~0.5 g 六次甲基四胺。之后在搅拌下,用 EDTA 溶液(6.2.2.6)滴定到溶液颜色刚变黄为止。

6.2.5 结果的表示

6.2.5.1 计算

按式(3)计算,颜料的总铅含量 $w(\text{Pb})$,以质量分数(%)表示:

$$w(\text{Pb}) = \frac{0.207cV}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：

- $w(\text{Pb})$ ——颜料的总铅含量，以 Pb 质量分数表示；
- m_2 ——试样的质量，单位为克(g)；
- c ——EDTA 标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；
- V ——滴定消耗 EDTA 标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- 0.207——总铅的毫摩尔数换算成铅克数的系数。

如果需要用 PbO 的质量分数(%)表示总铅含量，则按式(4)计算：

$$w(\text{PbO}) = \frac{0.223cV}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中：

- $w(\text{PbO})$ ——颜料的总铅含量，以 PbO 质量分数表示；
- m_2 、 c 和 V ——意义与式(3)相同；
- 0.223——总铅的毫摩尔数换算成氧化铅克数的系数。

如果两次测定值之差大于 0.8%(以 Pb 计)，则应重做。

计算两次有效测定的平均值，报告其结果，精确到 0.1%。

6.2.5.2 精密度

a) 重复性 r

由同一操作者在同一试验室里用同样设备和标准试验方法，在短的时间间隔内对同一物料进行试验，所得到的两个试验结果之间的差值若低于 0.85%，可预料其概率为 95%。

b) 再现性 R

由不同操作者在不同的实验室，采用标准的试验方法对同一物料进行试验所得到的两个试验结果之间的差值若低于 2%，可预料其概率为 95%。

7 可溶性铅含量的测定

7.1 可溶性铅的萃取

7.1.1 试剂

所用试剂均应采用分析纯试剂，并使用符合 GB/T 6682 规定的纯度至少为 3 级的水。

警告——应按照适当的健康和安规则使用试剂。

7.1.1.1 稀盐酸， $c(\text{HCl})=0.07 \text{ mol/L}$ 。

7.1.1.2 盐酸，稀释 1+1。

将 1 体积浓盐酸(质量分数约为 37%， $\rho \approx 1.19 \text{ g/mL}$)加到 1 体积水中。

7.1.1.3 铅标准溶液：浓度为 100 mg/L 或 1 000 mg/L。

7.1.2 仪器

普通实验室仪器，以及下列仪器：

7.1.2.1 火焰原子吸收光谱仪；配备铅空心阴极灯，并装有可通入空气和乙炔的燃烧器。仪器工作条件：测试波长：283.3 nm；原子化方法：空气-乙炔火焰法；背景校正：氘灯。

7.1.2.2 适宜的机械搅拌器。

7.1.2.3 带有电极的 pH 计。

7.1.2.4 薄膜过滤器，孔径 0.15 μm ，或能得到 7.1.3.2 中清彻滤液的其他适宜的过滤器。

7.1.2.5 过滤装置，用于薄膜过滤器(7.1.2.4)。

7.1.2.6 水浴，能保持在 23℃ \pm 2℃。

7.1.2.7 容量瓶：25 mL、50 mL、100 mL。

7.1.2.8 移液管：1 mL、2 mL、5 mL、10 mL、25 mL。

7.1.3 操作步骤

7.1.3.1 试样

按第6章所述测定颜料的总铅含量。

根据颜料的总铅量,按式(5)计算测定可溶性铅含量的试样量 m_3 :

$$m_3 = \frac{60}{w(\text{Pb})} \times 0.5 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

$w(\text{Pb})$ ——颜料的总铅量,以质量分数表示;

60——典型铬酸铅颜料的平均铅含量,以质量分数表示。

7.1.3.2 萃取

进行一式两份颜料的平行萃取。

称取试样 m_3 (准确至 1 mg),将其置于清洁、干燥的 1 000 mL 烧杯中。装上搅拌器(7.1.2.2)向烧杯中加入用水浴(7.1.2.6)预先将温度调到 $23^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 的稀盐酸(7.1.1.1)500 mL,将烧杯置于水浴中立即开始搅拌该混合物(见下一段)。将 pH 计(7.1.2.3)的电极插入混合物中。如有必要,用 1+1 盐酸(7.1.1.2)将混合物的 pH 值调到与稀盐酸(7.1.1.1)的 pH 值相同。

在整个萃取过程中,应控制搅拌速度,使颜料保持悬浮,同时注意避免悬浮液溅出。

继续搅拌 $60 \text{ min} \pm 1 \text{ min}$,确保在整个试验过程中,使混合物的温度维持在 $23^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 。通过小心加入 1+1 盐酸(7.1.1.2)使混合物的 pH 值保持不变。在搅拌期结束后,使混合物于 $23^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 下再静置 $60 \text{ min} \pm 1 \text{ min}$ 。然后采用过滤装置(7.1.2.5),倾注该混合物通过薄膜过滤器(7.1.2.4)过滤,将最初 10 min 内得到的滤液收集在一个适宜的玻璃容器里,立即盖住容器。

保留过滤后的萃取液按 7.2 的规定测定可溶性铅含量,每次取适当的等分试样进行测定。

滤液中可溶性铅含量的测定应在萃取液制备后 4 h 内尽快进行。

7.2 可溶性铅的测定 火焰原子吸收光谱(AAS)法

7.2.1 标准曲线的绘制

选用合适的容量瓶(7.1.2.7)和移液管(7.1.2.8),用稀盐酸(7.1.1.1)逐级稀释铅标准溶液(7.1.1.3),配制下列质量浓度的标准参比溶液($\mu\text{g}/\text{mL}$):0.00,2.5,5.0,10.0,20.0,30.0。

注:系列标准参比溶液应在使用的当天配制。

用火焰原子吸收光谱仪(7.1.2.1)分别测试标准参比溶液的吸光度,仪器会以吸光度值对应浓度自动绘制出标准曲线。

7.2.2 测定

进行一式两份试样的平行测定。

使用按 7.1 规定制备的溶液,测试试验溶液的吸光度。根据标准曲线和试验溶液的吸光度,仪器自动给出试验溶液中铅的浓度值。如果试验溶液中铅的浓度超出工作曲线最高点,则应对试验溶液用盐酸溶液(7.1.1.1)进行适当稀释后再测试。

如果两次测试结果(浓度值)的相对偏差大于 10%。需按第 7 章的试验步骤重新进行试验。

7.2.3 结果的表示

按式(6)计算颜料可溶性铅含量 $w(\text{Pb})_s$,以质量分数(%)表示:

$$w(\text{Pb})_s = \frac{500 \times \rho(\text{Pb}) \times F}{m_3 \times 10^6} \times 10^2 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

$\rho(\text{Pb})$ ——由标准曲线上查得的试验溶液的铅质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

F ——试验溶液的稀释倍数;

m_3 ——按 7.1.3.1 规定制备试验溶液所取试样的质量,单位为克(g)。

8 检验规则

8.1 检验分类

8.1.1 产品检验分为出厂检验和型式检验。

8.1.2 出厂检验项目包括 105℃挥发物、水溶物、水萃取液的酸碱度、水悬浮液的 pH 值、筛余物、颜色、冲淡色、相对着色力、吸油量。

8.1.3 型式检验项目包括本标准所列的全部技术要求。在正常生产情况下,易分散程度、耐光性、总铅含量、在 0.07 mol/L HCl 中可溶性铅含量每年至少检验一次。

8.2 检验结果的判定

按 GB/T 1250 中修约值比较法进行。

9 标志、包装、运输和贮存

9.1 标志

产品包装袋上应有牢固、清晰的标志,包括生产厂名称和厂址、产品名称、注册商标、标准编号、生产批号或生产日期、净含量及规定的“防潮”标志等。

9.2 包装

产品可用内衬塑料薄膜袋的塑料编织袋包装,也可用其他适宜的包装材料包装。

9.3 运输

运输、装卸时要轻装、轻卸,防止包装污染和破损。产品在运输中应防止雨淋和日光曝晒。

9.4 贮存

产品应按等级、分批存放在通风干燥处,严禁与产品可发生反应的物品接触,并注意防潮。

附 录 A
(资料性附录)

本标准与 ISO 3711:1990 技术性差异及其原因

表 A.1 给出了本标准与 ISO 3711:1990 的技术性差异及其原因的一览表。

表 A.1 本标准与 ISO 3711:1990 技术性差异及其原因

本标准的章条编号	技术性差异	原因
1	在范围中增加了“产品分类、取样、检验规则及标志、包装、运输和贮存。” 增加了“该产品主要用于涂料、塑料、橡胶和油墨等行业。”	使标准适用范围更明确,符合我国习惯
2	引用了采用国际标准的我国标准,而非国际标准	适合我国国情,便于使用
表 2	“105℃挥发物/%”要求根据不同产品定不同指标	柠檬黄、浅黄和铅铬红此项目产品质量水平难以达到国际标准的要求
表 2	“水溶物(冷萃取法)/%”要求以“1”代替“2”	国内产品此项目的质量水平高于国际标准的要求
表 3	增加了“颜色测定——色度法”和“相对着色力测定——光度计法”	仪器法测色较目视法先进科学,已经得到广泛应用
5	GB/T 3186—2006 等同采用 ISO 15528:2000,而“ISO 15528:2000”则代替了“ISO 842:1984”	ISO 842:1984 已被 ISO 15528:2000 代替,ISO 15528:2000 已被转化为国标 GB/T 3186—2006,采用国标便于使用
6.2.5	改变了国际标准中的计算公式的表示形式	适合我国国情,便于实际操作
7	删除了“可溶性铅含量的测定 双硫脲分光光度法”	该试验方法由于使用了有害的氰化钾,故删除
7.2	改变了国际标准中可溶性铅的测定过程	适应现在国内可溶性铅的测定过程
8~9	增加了“第 8 章 检验规则”和“第 9 章 标志、包装、运输和贮存”。 删除了 ISO 3711:1990 中“第 8 章 试验报告”	适合我国国情,用户需求

参 考 文 献

- [1] GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备.
 - [2] GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备(GB/T 603—2002, ISO 6353-1: 1982, NEQ).
 - [3] GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987).
 - [4] HG/T 2457 颜料产品检验、标志、包装、运输和贮存通则.
-