

ICS 91.120.30
CCS Q 17



中华人民共和国国家标准

GB/T 41078—2021

建筑防水材料有害物质试验方法

Test methods for harmful substances in building waterproofing materials

2021-12-31 发布

2022-07-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国建筑材料联合会提出。

本文件由全国轻质与装饰装修建筑材料标准化技术委员会(SAC/TC 195)归口。

本文件起草单位：中国建材检验认证集团苏州有限公司、中国建材检验认证集团股份有限公司、北京东方雨虹防水技术股份有限公司、科顺防水科技股份有限公司、安徽大禹防水科技发展有限公司、江苏凯伦建材股份有限公司、建筑材料工业技术监督研究中心、中建材苏州防水研究院有限公司、北京建筑材料检验研究院有限公司、上海建科检验有限公司、深圳市建研检测有限公司、辽宁省检验检测认证中心、北新禹王防水科技集团有限公司、宏源防水科技集团有限公司、深圳市卓宝科技股份有限公司、远大洪雨(唐山)防水材料有限公司、美巢集团股份公司、上海三棵树防水技术有限公司、胜利油田大明新型建筑防水材料有限责任公司、上海豫宏(金湖)防水科技有限公司、江苏莱德建材股份有限公司、雨中情防水技术集团股份有限公司、河南华瑞兴业防水科技有限公司、北京圣洁防水材料有限公司、山东红花防水建材有限公司、深圳卓众之众防水技术股份有限公司、上海福轩环保科技有限公司。

本文件主要起草人：朱志远、李万勇、余奕帆、关红艳、于成文、龚兴宇、郑宪明、徐萌、黄亮、杨斌、杨胜、彭芝红、李剑、王明玉、王圣、戚丁文、杨林、刘昌宁、叶俊鹏、王颖、许渊、蒋继恒、孙平刚、梁中伟、薛文军、张广彬、石九龙、谈小青、耿进玉、赵国武、杜昕、远义广、王怀松、张福基。



建筑防水材料有害物质试验方法

警示——本文件并未指出所有可能的安全问题,使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合相关规定的要求。

1 范围

本文件规定了建筑防水材料有害物质试验方法的分类及有害物质测试项目、试验方法和试验报告。本文件适用于建筑用防水卷材、防水涂料和其他防水材料。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 328.4—2007 建筑防水卷材试验方法 第4部分:沥青防水卷材 厚度、单位面积质量
- GB/T 1725 色漆、清漆和塑料 不挥发物含量的测定
- 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/T 8928—2008 固体和半固体石油沥青密度测定法
- GB/T 18446 色漆和清漆用漆基 异氰酸酯树脂中二异氰酸酯单体的测定
- GB 18582—2020 建筑用墙面涂料中有害物质限量
- GB/T 23985—2009 色漆和清漆 挥发性有机化合物(VOC)含量的测定 差值法
- GB/T 23986—2009 色漆和清漆 挥发性有机化合物(VOC)含量的测定 气相色谱法
- GB/T 23990—2009 涂料中苯、甲苯、乙苯和二甲苯含量的测定 气相色谱法
- GB/T 23991 涂料中可溶性有害元素含量的测定
- GB/T 23993 水性涂料中甲醛含量的测定 乙酰丙酮分光光度法
- GB/T 30646 涂料中邻苯二甲酸酯含量的测定 气相色谱/质谱联用法
- GB/T 30647 涂料中有害元素总含量的测定
- GB/T 34683 水性涂料中甲醛含量的测定 高效液相色谱法
- GB 36246—2018 中小学合成材料面层运动场地
- GB/T 36488 涂料中多环芳烃的测定
- JG/T 528 建筑装饰装修材料挥发性有机物释放率测试方法 测试舱法

3 术语和定义

JG/T 528界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

沥青防水卷材 **bituminous waterproof sheet; asphalt waterproof sheet**

采用纤维、织物或高分子膜等作为增强材料,以沥青或改性沥青为主要浸涂材料,工厂成型的片状防水材料。

3.2

塑料防水卷材 plastic waterproof sheet

以合成树脂为主要基料,加入增塑剂、稳定剂、填料等添加剂,用压延或挤出成型方法加工而成的片状防水材料。

注:可有增强材料、背衬材料和表面粘结材料等构造。

3.3

橡胶防水卷材 rubber waterproof sheet

以橡胶为主要基料,加入填料、增塑剂、硫化剂、防老剂、稳定剂等添加剂,用压延或挤出成型方法加工而成的片状防水材料。

注:可有增强材料、背衬材料和表面粘结材料等构造。

3.4

水性防水涂料 water-borne waterproof coating

以水为分散介质,水分挥发固化成膜的防水材料。

注:包括单液型、双液型、液体粉料型。

3.5

反应型防水涂料 reactive waterproof coating

与空气中的湿气反应固化或产品组分间反应固化成膜的防水材料。

注1:包括单组分型、多组分型。

注2:反应型防水涂料固体含量一般不低于85%。

3.6

溶剂型防水涂料 solvent-borne waterproof coating

通过溶剂挥发固化或反应固化成膜的防水材料。

注:溶剂型防水涂料固体含量一般低于85%。

3.7

热熔型防水涂料 hot melt waterproof coating

单组分型,常温为固体或黏滞体,加热熔化施工的防水材料。

注:热熔型防水涂料固体含量一般不低于98%。

3.8

干粉型防水材料 dry powder waterproof material

产品为干粉状,加水混合均匀后使用的防水材料。

3.9

目标挥发性有机物 target volatile organic compounds

产品中选择和分析的单一挥发性有机物。

注:可为甲醛、苯、甲苯、邻-二甲苯、间-二甲苯、对-二甲苯、苯乙烯、乙苯、乙酸正丁酯、正十一烷和正十四烷等。

[来源:JG/T 528—2017,3.3,有修改]

3.10

总挥发性有机物 total volatile organic compounds; TVOC

利用吸附管采样,非极性色谱柱(极性指数小于10)进行分析,保留时间在正己烷和正十六烷(含正己烷和正十六烷)之间的挥发性有机物总和。

[来源:JG/T 528—2017,3.4]

4 分类及有害物质测试项目

防水材料分类、施工和使用过程中的有害物质测试项目见表1,防水材料分类对应的产品及名称见

附录 A。

表 1 防水材料分类及有害物质测试项目

防水材料分类		有害物质测试项目
防水卷材	沥青防水卷材	重金属(铅、铬、镉、汞)总含量、可溶性重金属(铅、铬、镉、汞)含量、目标挥发性有机物释放量、总挥发性有机物释放量
	塑料防水卷材	邻苯二甲酸酯类化合物[邻苯二甲酸二丁酯(DBP)、邻苯二甲酸丁苄酯(BBP)、邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯(DEHP)、邻苯二甲酸二正辛酯(DNOP)、邻苯二甲酸二异壬酯(DINP)、邻苯二甲酸二异癸酯(DIDP)]含量、重金属(铅、铬、镉、汞)总含量、可溶性重金属(铅、铬、镉、汞)含量、目标挥发性有机物释放量、总挥发性有机物释放量
	橡胶防水卷材	多环芳烃含量、苯酚含量、邻苯二甲酸酯类化合物[邻苯二甲酸二丁酯(DBP)、邻苯二甲酸丁苄酯(BBP)、邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯(DEHP)、邻苯二甲酸二正辛酯(DNOP)、邻苯二甲酸二异壬酯(DINP)、邻苯二甲酸二异癸酯(DIDP)]含量、重金属(铅、铬、镉、汞)总含量、可溶性重金属(铅、铬、镉、汞)含量、目标挥发性有机物释放量、总挥发性有机物释放量
防水涂料	水性防水涂料	挥发性有机化合物(VOC)含量、苯系物(苯、甲苯、乙苯、二甲苯)含量、乙二醇醚及其醚酯(乙二醇甲醚、乙二醇甲醚醋酸酯、乙二醇乙醚、乙二醇乙醚醋酸酯、乙二醇二甲醚、乙二醇二乙醚、二乙二醇二甲醚、三乙二醇二甲醚)含量总和、邻苯二甲酸酯类化合物[邻苯二甲酸二丁酯(DBP)、邻苯二甲酸丁苄酯(BBP)、邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯(DEHP)、邻苯二甲酸二正辛酯(DNOP)、邻苯二甲酸二异壬酯(DINP)、邻苯二甲酸二异癸酯(DIDP)]含量、甲醛含量、游离甲醛含量、氨含量、重金属(铅、铬、镉、汞)总含量、可溶性重金属(铅、铬、镉、汞)含量、目标挥发性有机物释放量、总挥发性有机物释放量、甲醛释放量
	反应型、溶剂型防水涂料	挥发性有机化合物(VOC)含量、苯系物(苯、甲苯、乙苯、二甲苯)含量、乙二醇醚及其醚酯(乙二醇甲醚、乙二醇甲醚醋酸酯、乙二醇乙醚、乙二醇乙醚醋酸酯、乙二醇二甲醚、乙二醇二乙醚、二乙二醇二甲醚、三乙二醇二甲醚)含量总和、游离二异氰酸酯含量(以异氰酸酯为原材料的产品)、多环芳烃含量、苯酚含量、邻苯二甲酸酯类化合物[邻苯二甲酸二丁酯(DBP)、邻苯二甲酸丁苄酯(BBP)、邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯(DEHP)、邻苯二甲酸二正辛酯(DNOP)、邻苯二甲酸二异壬酯(DINP)、邻苯二甲酸二异癸酯(DIDP)]含量、重金属(铅、铬、镉、汞)总含量、可溶性重金属(铅、铬、镉、汞)含量、目标挥发性有机物释放量、总挥发性有机物释放量、短链氯化石蜡(C ₁₀ ~C ₁₃)含量、4,4'-二氨基-3,3'-二氯二苯甲烷(MOCA)含量(以异氰酸酯、环氧树脂为原材料的产品)
	热熔型防水涂料	挥发性有机化合物(VOC)含量、苯系物(苯、甲苯、乙苯、二甲苯)含量、邻苯二甲酸酯类化合物[邻苯二甲酸二丁酯(DBP)、邻苯二甲酸丁苄酯(BBP)、邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯(DEHP)、邻苯二甲酸二正辛酯(DNOP)、邻苯二甲酸二异壬酯(DINP)、邻苯二甲酸二异癸酯(DIDP)]含量、重金属(铅、铬、镉、汞)总含量、可溶性重金属(铅、铬、镉、汞)含量、目标挥发性有机物释放量、总挥发性有机物释放量
其他防水材料	液体防水材料	水性液体防水材料同水性防水涂料；反应型液体防水材料同反应型防水涂料；溶剂型液体防水材料同溶剂型防水涂料
	液体粉料型防水材料	同水性防水涂料
	干粉型防水材料	挥发性有机化合物(VOC)含量、苯系物(苯、甲苯、乙苯、二甲苯)含量、甲醛含量、氨含量、重金属(铅、铬、镉、汞)总含量、可溶性重金属(铅、铬、镉、汞)含量、目标挥发性有机物释放量、总挥发性有机物释放量、甲醛释放量
	定型材料	沥青类定型材料同沥青防水卷材，塑料类定型材料同塑料防水卷材，橡胶类定型材料同橡胶防水卷材

5 试验方法

5.1 取样

5.1.1 防水卷材

按 GB/T 328.4—2007 中 5.3.2 的规定裁取 3 块试样,尺寸为 100 mm×100 mm,去除材料上下表面的非持久层(隔离、防粘、减粘材料)。有特殊取样要求的见具体试验项目。

5.1.2 防水涂料、其他防水材料(干粉型)

单组分样品搅拌均匀后取样,多组分样品各组分搅拌均匀后按比例分别取样,取样总量不宜低于 200 g。

5.2 挥发性有机化合物(VOC)含量

5.2.1 当防水涂料需要混合应用时,应按生产企业提供的要求混合均匀。当配合比有范围时取中间值。

5.2.2 水性防水涂料按 GB 18582—2020 中 6.2.1 的水性类涂料规定进行试验。双液型速凝防水涂料(橡胶沥青、水性非固化)仅测试改性乳化沥青组分,并以此为试验结果。双液型速凝防水涂料(丙烯酸盐)分别测试各组分,结合配比按公式(1)计算结果。

$$W = \sum_{i=1}^n (W_i \times M_i) \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

W —— 试验结果;

W_i —— 组分 i 的试验结果;

M_i —— 组分 i 的质量分数。

5.2.3 反应型防水涂料、溶剂型防水涂料按 GB/T 23985—2009 的规定进行试验,按 GB/T 23985—2009 中 8.3 进行结果计算。不挥发物含量按 GB/T 1725 的规定进行试验,样品按配比混合均匀后称取试样约 1 g,高温处理试验条件为(105±2)℃恒温 1 h,其中反应型防水涂料不挥发物含量制样称量后在(23±2)℃、相对湿度(50±5)%的条件下放置 24 h 后再进行高温处理。密度按 GB/T 6750 的规定进行试验。不测水分,水分含量设为零。速凝类反应型防水涂料分别测试各组分,结合配比按公式(1)计算结果。

5.2.4 热熔型涂料按 GB/T 23985—2009 的规定进行试验,按 GB/T 23985—2009 中 8.3 进行结果计算。不挥发物含量按 GB/T 1725 的规定进行试验,称取试样约 1 g,高温处理试验条件为(130±2)℃恒温 3 h。密度按 GB/T 8928—2008 中半固体石油沥青规定的要求检测 23℃时密度。不测水分,水分含量设为零。

5.2.5 干粉型防水材料按 GB 18582—2020 中 6.2.1 的腻子方法进行试验,仅测试粉体,并以此为试验结果。

5.3 苯系物含量

5.3.1 水性防水涂料按 GB/T 23990—2009 中 B 法的规定进行试验,结合配比按公式(1)计算结果。双液型速凝防水涂料(橡胶沥青、水性非固化)仅测试主剂组分,并以此为试验结果。

5.3.2 反应型、溶剂型和热熔型涂料按 GB/T 23990—2009 中 A 法的规定进行试验,结合配比按公式(1)计算结果。

5.3.3 干粉型防水材料按 GB/T 23990—2009 中 B 法的规定进行试验,仅测试粉体,并以此为试验结果。

5.4 乙二醇醚及其醚酯含量总和

乙二醇醚及其醚酯(乙二醇甲醚、乙二醇甲醚醋酸酯、乙二醇乙醚、乙二醇乙醚醋酸酯、乙二醇二甲醚、乙二醇二乙醚、二乙二醇二甲醚、三乙二醇二甲醚)含量总和按 GB/T 23986—2009 的规定进行试验,按 GB/T 23986—2009 中 10.2 进行计算。多组分防水涂料分别测试各组分,结合配比按公式(1)计算结果。双液型速凝防水涂料(橡胶沥青、水性非固化)仅测试主剂组分,并以此为试验结果。

5.5 邻苯二甲酸酯类化合物含量

5.5.1 对于防水卷材,多层构造的产品取样部位为上表面主体材料,均质类产品取样时应保持整体厚度。取样后,使用液氮冷冻研磨仪将样品粉碎,对不能粉碎的样品,可用干净的剪刀尽可能剪碎,粒径约为 1 mm。按 GB/T 30646 的规定进行试验。

5.5.2 防水涂料按 GB/T 30646 的规定进行试验。多组分防水涂料分别测试各组分,结合配比按公式(1)计算结果。双液型速凝防水涂料(橡胶沥青、水性非固化)仅测试主剂组分,并以此为试验结果。

5.6 多环芳烃含量

5.6.1 对于防水卷材,多层构造的产品取样部位为上表面主体材料,均质类产品取样时应保持整体厚度。取样后,使用液氮冷冻研磨仪将样品粉碎,对不能粉碎的样品,可用干净的剪刀尽可能剪碎,粒径约为 1 mm。按 GB/T 36488 的规定进行试验。

5.6.2 防水涂料按 GB/T 36488 的规定进行试验。多组分防水涂料分别测试各组分,结合配比按公式(1)计算结果。

5.7 苯酚含量

按 5.6 的规定进行试验。采用苯酚为校准化合物,相对分子质量为 94,特征碎片离子为 95,94,66,定量离子为 94。

5.8 甲醛含量

5.8.1 当防水涂料需要混合应用时,应按生产企业提供的要求混合均匀。当配合比有范围时取中间值。

5.8.2 水性防水涂料按 GB/T 23993 的规定进行试验。其中双液型速凝防水涂料(橡胶沥青、水性非固化)仅测试主剂组分,并以此为试验结果。双液型速凝防水涂料(丙烯酸盐)分别测试各组分,结合配比按公式(1)计算结果。

5.8.3 干粉型防水材料 GB/T 23993 的规定进行试验,仅测试粉体,并以此为试验结果。

5.9 游离甲醛含量

按 GB/T 34683 的规定进行试验,仅测试液体,并以此为试验结果。其中双液型速凝防水涂料(橡胶沥青、水性非固化)仅测试主剂组分,并以此为试验结果。双液型速凝防水涂料(丙烯酸盐)分别测试各组分,结合配比按公式(1)计算结果。

5.10 氮含量

按附录 B 的规定进行试验。

5.11 游离二异氰酸酯含量

按 GB/T 18446 的规定进行试验。仅测试预聚体组分得到该组分的试验结果,结合该组分的配比计算样品中的含量。

5.12 重金属(铅、铬、镉、汞)总含量

按 GB/T 30647 的规定进行试验。塑料防水卷材、橡胶防水卷材取样时应保持材料整体厚度直接取样,沥青防水卷材仅测试表面沥青涂盖料。防水涂料按照配比取样,当配合比有范围时取中间值。干粉型防水材料直接取样。

5.13 可溶性重金属(铅、铬、镉、汞)含量

按 GB/T 23991 的规定进行试验。塑料防水卷材、橡胶防水卷材取样时应保持材料整体厚度直接取样,沥青防水卷材仅测试表面沥青涂盖料。防水涂料、干粉型防水材料按照配比混合,当配合比有范围时取中间值,混合后在玻璃板或聚四氟乙烯板上制备 0.2 mm~0.3 mm 涂膜,并在(23±2)℃、相对湿度(50±5)%条件下养护 72 h 后进行试验。不可成膜的液体防水材料直接取样进行试验。

5.14 短链氯化石蜡(C₁₀~C₁₃)含量

按 GB 36246—2018 附录 G 的规定进行试验。多组分产品分别测试各组分,结合配比按公式(1)计算结果。

5.15 4,4'-二氨基-3,3'-二氯二苯甲烷(MOCA)含量

按 GB 36246—2018 附录 H 的规定进行试验,仅测试固化剂组分得到该组分的试验结果,结合该组分的配比计算样品中的含量。

5.16 目标挥发性有机物释放量、总挥发性有机物释放量、甲醛释放量

5.16.1 样品预处理

防水卷材、喷涂成型类涂料按单面面积材料/舱负荷比为 1 m²/m³ 制备试件,在温度(23±2)℃、相对湿度(50±5)%的条件下放置 24 h,去除表面防粘隔离材料,表面砂和矿物颗粒不去除,制备 2 个试件分别放入环境试验舱试验。

防水涂料涂布量宜按照实际使用涂布量的 1/3,也可按商定的涂布量进行试验,涂布在无吸附性的玻璃板或平底托盘上,按材料/舱负荷比为 1 m²/m³ 制备试件,制备 2 个试件直接分别放入环境试验舱试验。

注:材料/舱负荷比是指试验时材料表面积与环境试验舱容积的比值,单位为平方米每立方米(m²/m³)。

5.16.2 试验步骤

按 JG/T 528 的规定进行试验。环境试验舱内控制温度(23±1)℃,相对湿度(50±5)%,换气次数为每小时 1 次,采样时间为试件放入环境试验舱后(72±1)h,有机物释放量以 200 mL/min 采样流速采样 30 min,甲醛释放量以 400 mL/min 采样流速采样 25 min,结果计算时应扣除舱空白释放量。根据情况可调整采样体积,也可选择其他环境试验舱温湿度条件,如:温度(60±2)℃,相对湿度(5±2)%。

6 试验报告

试验报告应至少给出以下几个方面的内容:

- a) 本文件名称和编号；
- b) 试验样品的名称、类型、配比及批号；
- c) 试验结果；
- d) 试验人员、日期及地点；
- e) 与本文件的任何偏离。



附录 A

(资料性)

防水材料分类对应的产品及名称

防水材料分类对应的产品示例见表 A.1。

表 A.1 防水材料分类对应的产品示例

防水材料分类		产品示例
防水卷材	沥青防水卷材	石油沥青纸胎油毡、弹性体改性沥青防水卷材、塑性体改性沥青防水卷材、自粘聚合物改性沥青防水卷材、湿铺防水卷材、预铺防水卷材(PY类)、玻纤胎沥青瓦、改性沥青聚乙烯胎防水卷材、石油沥青玻璃纤维胎防水卷材、胶粉改性沥青玻纤毡与玻纤网格布增强防水卷材、胶粉改性沥青玻纤毡与聚乙烯膜增强防水卷材、胶粉改性沥青聚酯毡与玻纤网格布增强防水卷材
	塑料防水卷材	高分子片材(塑料类)、聚氯乙烯防水卷材、热塑性聚烯烃防水卷材、预铺防水卷材(P类)、聚乙烯丙纶防水卷材、塑料防水板
	橡胶防水卷材	高分子片材(橡胶类)、三元乙丙橡胶防水卷材、氯化聚乙烯防水卷材、预铺防水卷材(R类)、橡塑共混防水卷材
防水涂料	水性防水涂料	聚合物水泥防水涂料、水乳型沥青防水涂料、聚合物乳液防水涂料、双液型速凝防水涂料(喷涂丙烯酸盐防水涂料、喷涂速凝橡胶沥青防水涂料、水性非固化防水涂料)、水性聚氨酯防水涂料、水性环氧防水涂料
	反应型防水涂料	聚氨酯防水涂料、聚脲防水涂料、聚天门冬氨酸酯防水涂料、聚甲基丙烯酸甲酯(PMMA)防水涂料、环氧树脂防水涂料、硅烷改性聚醚防水涂料
	溶剂型防水涂料	溶剂型橡胶沥青防水涂料、脂肪族聚氨酯耐候防水涂料
	热熔型防水涂料	非固化橡胶沥青防水涂料、热熔橡胶沥青防水涂料
其他防水材料	液体防水材料	有机硅防水剂、砂浆混凝土防水剂、水性渗透型无机防水剂、沥青防水卷材用基层处理剂、透明防水胶、化学灌浆材料
	液体粉料型防水材料	聚合物水泥防水砂浆(液体粉料型)、聚合物水泥防水浆料(液体粉料型)
	干粉型防水材料	聚合物水泥防水砂浆(干粉型)、聚合物水泥防水浆料(干粉型)、无机防水堵漏材料、水泥基渗透结晶型防水材料
	定型材料	高分子预制件、止水带、丁基胶带、自粘沥青泛水带、高分子泛水材料、聚合物改性沥青防水垫层、自粘聚合物沥青防水垫层、透气防水垫层、隔热防水垫层
注：防水卷材是按主体材料进行分类的。		

附 录 B

(规范性)

氨含量的测定 蒸馏后滴定法

B.1 原理

从碱性溶液中蒸馏出氨,用过量硫酸溶液吸收,以甲基红-亚甲基蓝混合指示剂为指示剂,采用氢氧化钠标准溶液滴定过量的硫酸。

按照配比混合均匀后取样检测。双液型速凝防水涂料(橡胶沥青、水性非固化)仅测试主剂组分,并以此为试验结果。双液型速凝防水涂料(丙烯酸盐)分别测试各组分,再按配比要求折算结果。干粉型防水材料仅测试粉体,并以此为试验结果。

B.2 试剂和材料

B.2.1 本方法所涉及的水为符合 GB/T 6682—2008 中三级水的要求。

B.2.2 本方法所涉及的化学试剂除特别说明外,均为分析纯化学试剂。

B.2.3 盐酸溶液:1+1。

B.2.4 硫酸溶液: $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

B.2.5 氢氧化钠标准溶液: $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

B.2.6 氢氧化钠溶液:约 1 mol/L。

B.2.7 甲基红-亚甲基蓝混合指示剂: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。

B.3 仪器设备及器皿

B.3.1 分析天平:精度 0.001 g。

B.3.2 pH 计,精度 ± 0.1 。

B.3.3 电炉。

B.3.4 500 mL 玻璃蒸馏瓶。

B.3.5 300 mL 烧杯。

B.3.6 500 mL 锥形烧瓶。

B.3.7 20 mL 移液管。

B.3.8 50 mL 碱式滴定管。

B.3.9 直形冷凝管。

B.4 试验步骤

B.4.1 试样的处理

将试样搅拌均匀,在 300 mL 烧杯(B.3.5)中称取约 5 g 的试样,精确至 0.001 g。

对可水溶试样,在盛有试样的 300 mL 烧杯(B.3.5)中加入适量水,并移入 500 mL 玻璃蒸馏瓶(B.3.4)中,控制总体积 200 mL,备蒸馏。

对含有可能保留有氨的不可水溶试样,在盛有试样的 300 mL 烧杯(B.3.5)中加入 20 mL 水和 10 mL 盐酸溶液(B.2.3),搅拌均匀,放置 20 min 后过滤,收集滤液至 500 mL 玻璃蒸馏器(B.3.4)中,加入适量水,控制总体积 200 mL,备蒸馏。

B.4.2 蒸馏

在被蒸馏的溶液中加入氢氧化钠溶液(B.2.6),用pH计(B.3.2)测试,调整pH值至 (12 ± 0.2) ,加入几粒防爆玻璃珠。如起始pH值大于11.8,则不需调整。

准确移取20 mL硫酸溶液(B.2.4)于500 mL锥形烧瓶(B.3.6)中,加入3滴~4滴混合指示剂(B.2.7),将蒸馏器流出液出口玻璃管插入烧瓶底部的硫酸溶液中,加热蒸馏至馏出液体积达到180 mL后停止加热,卸下蒸馏瓶,用蒸馏水洗涤冷凝管,并将洗涤液收集在锥形瓶中。

B.4.3 滴定

用氢氧化钠标准溶液(B.2.5)滴定过量的硫酸溶液,直至指示剂由亮紫色变为灰绿色,并在30 s不变色,消耗氢氧化钠标准溶液的体积为 V_1 。

B.4.4 空白试验

在测定的同时,按同样的试验步骤、试剂和用量,不加试样进行平行操作,测定空白试验消耗氢氧化钠标准溶液的体积为 V_2 。

B.5 结果计算

样品中氨含量以氨(NH_3)质量分数表示,按公式(B.1)计算:

$$X = \frac{(V_2 - V_1) \times c \times 0.017\ 03}{m} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

X —— 样品中氨含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c —— 氢氧化钠标准溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 —— 滴定试样溶液消耗氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 —— 空白试验消耗氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

m —— 试样质量,单位为克(g);

0.017 03 —— 与1.00 mL氢氧化钠标准溶液[$c(\text{NaOH})=0.1$ mol/L]相当的以克表示的氨的质量。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定的结果。两次平行测定的结果的绝对差值大于100 mg/kg时,应重新测定。