

EDX 筛选分析建筑用墙面腻子涂料中的重金属

EDX-043

摘要：建筑用墙面腻子涂料是室内外粉刷装修前必需要使用到的建筑材料。国内城乡建设规模的扩增带来建筑材料需求量的增加。随着人们环保意识的提高，以及对生活环境的更高追求，对有害身体健康的有害物质越来越关注。重金属可以引起人身体健康的损害，国家标准 GB18582-2020《建筑用墙面涂料中有害物质限量》，规定了建筑用墙面涂料中重金属的种类和限量要求。能量色散型 X 射线荧光分析仪，以快速无损的分析方法优点，可以快速筛选分析涂料中重金属元素含量，为涂料质量控制提供科学的数据。

关键词：建筑用墙面腻子涂料 重金属分析 能量色散型 X 射线荧光分析仪

腻子是厚浆状墙面建筑涂料，是平整墙体表面的一种装饰性质的材料。腻子采用少量漆基、助剂、大量填料及适量的着色颜料配制而成，填料主要是重碳酸钙、滑石粉等。建筑物墙面涂装前都需要用到墙面腻子预涂平整墙面，城乡建设规模很大，对建筑用墙面腻子涂料存在很大的需求用量。绿色环保的建筑材料目前是市场中主要的建材商品，环保建筑材料对重金属特别提出了要求。

2020 年 03 月 04 日国家标委会发布了 GB18582-2020《建筑用墙面涂料中有害物质限量》，该标准将取代 GB18582-2008《室内装饰装修材料 内墙涂料中有害物质限量》、GB24408-2009《建筑用外墙涂料有害物质限量》。新国标更新了建筑用墙面涂料有害物质限量的要求，规定了建筑涂料色漆和腻子中重金属的要求，具体为总 $Pb \leq 90 \text{ mg/kg}$ ；可溶性重金属：

$Cd \leq 75 \text{ mg/kg}$ 、 $Cr \leq 60 \text{ mg/kg}$ 、 $Hg \leq 60 \text{ mg/kg}$ 。

墙面涂料中的重金属总量、可溶性含量可以依据 GB/T30647-2014《涂料中有害元素总含量的测定》标准方法进行分析，标准中推荐 AAS、ICP-OES、ICP-MS 等化学分析法，样品分析前需要进行过程复杂的前处理。本文用能量色散型 X 射线荧光光谱仪，选择市售的建筑用墙面腻子涂料作为实验样品，建立涂料中重金属元素总含量的工作曲线，可以对涂料中的重金属元素进行直接筛选分析，无需进行样品前处理。筛选分析结果为元素总量，筛选分析结果如果不大于可溶性重金属元素限制值，则可溶性量也在标准的控制范围内，即重金属元素分析总量不超标溶出量也不会超标，能量色散型 X 射线荧光分析仪筛选测试判定要求，可以制订严于国标 GB18582-2020 限值要求。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 EDX-7000 能量色散型 X 射线荧光分析仪，见图 1。



图 1 EDX-7000 能量色散型 X 射线荧光分析仪

1.2 仪器参数

靶材：Rh

准直器：10 mm

电流：Auto

滤光片：1#、3#、4#

电压：30, 50 kV

分析时间：100 s

1.3 实验样品

取市售建筑用墙面腻子涂料作为实验空白样品，空白样品重金属总量经过化学分析（表 1 中 6# 样品）。取空白样品准确添加标准溶液，配成有梯度的系列标准样品，用来制作工作曲线。实验配置的标准样品信息见表 1。

表 1 标准样品信息

序号	Cd	Pb	Hg	Cr
1#	26	150	21	100
2#	50	120	40	81
3#	75	88	58	60
4#	100	61	79	40
5#	124	30	101	21
6#	0	7	0	10

1.4 样品前处理

配置好的墙面腻子涂料实验样品为无定型的半流体，测试时放置在装有迈拉膜的样品杯中，采用 PE 保鲜膜和迈拉膜隔离样品杯固定放置，PE 膜经测试无重金属元素存在，样品处理见图 2。



图 2 实验样品的处理

■ 结果与讨论

2.1 工作曲线

建立重金属元素的分析条件，用配置的系列标准样品，在岛津 EDX-7000 仪器上登记测试强度，计算各测试重金属元素含量与测试强度的线性关系，并保存为墙面腻子重金属工作曲线。各重金属元素工作曲线见图 3。

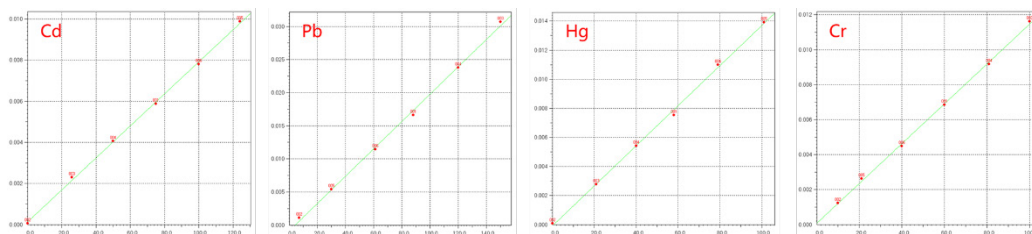


图 3 工作曲线

2.2 检出限和定量限

取建筑用墙面腻子粉，加入适量蒸馏水，搅拌均匀成糊状，作为墙面腻子空白样品。取墙面腻子空白样品装入放置有 PE 膜和迈拉膜固定的样品杯中，放在仪器中，使用墙面腻子重金属工作曲线连续测试 10 次，统计测试数据，按照统计数据标准偏差的 3 倍作为检测下限，检测下限的 3 倍作为定量下限，计算得到重金属元素的检测限和定量限，具体见表 2。

元素	mg/kg				
	Cd	Pb	PbLa	Hg	Cr
检出限	1.6	1.8	1.9	0.5	3.9
定量限	4.8	5.4	5.6	1.4	11.7

2.3 分析稳定性

取配置含量接近涂料国家标准中重金属限值的样品，装入样品杯中，使用墙面腻子重金属工作曲线连续分析 10 次，计算得到测试元素分析结果的稳定性，分析结果稳定性统计见表 3。

样品	mg/kg				
	Cd	Pb	PbLa	Hg	Cr
3#(01)	75.5	86.0	89.5	57.6	59.7
3#(02)	77.5	88.0	88.8	60.8	61.1
3#(03)	74.4	89.8	87.7	56.4	60.3
3#(04)	76.4	86.6	86.1	59.4	57.6
3#(05)	76.8	89.6	87.9	60.1	63.6
3#(06)	76.9	86.5	89.6	58.8	66.5
3#(07)	78.3	91.7	87.5	59.0	57.7
3#(08)	76.4	84.5	90.2	59.9	61.2
3#(09)	75.0	87.8	86.2	60.5	61.4
3#(10)	78.2	86.5	89.6	56.0	58.9
平均	76.5	87.7	88.3	58.9	60.8
标准偏差	1.3	2.1	1.5	1.7	2.7
C.V.(%)	1.7	2.4	1.6	2.8	4.4

2.4 分析准确性

2.4.1 相同品种分析准确性

取配置墙面腻子的分析对照样品，使用墙面腻子重金属工作曲线分析，验证工作曲线分析结果的准确性。验证样为市售墙面腻子粉，添加标准液得到的配置样品。分析结果的准确性对比见表 4。

表 4 相同品种分析结果的准确性

		mg/kg				
样品	项目	Cd	Pb	PbLa	Hg	Cr
NS1	分析值	15.0	21.7	21.7	15.6	14.7
	参考配比值	15.6	20.8	20.8	14.9	15.2
	误差	-0.6	0.9	0.9	0.7	-0.5
NS2	分析值	38.2	49.1	47.9	30.9	30.6
	参考配比值	37.4	47.5	47.5	29.6	30.1
	误差	0.8	1.6	0.4	1.3	0.5
NS3	分析值	54.4	64.5	62.9	42.3	46.8
	参考配比值	53.2	63.0	63.0	42.6	44.7
	误差	1.2	1.5	-0.1	-0.3	2.1
NS4	分析值	92.6	108.3	108.9	75.2	76.7
	参考配比值	90.1	109.0	109.0	73.0	75.9
	误差	2.5	-0.7	-0.1	2.2	0.8

2.4.2 不同品种分析准确性

从市售获得不同品牌、不同品种的腻子粉样品，添加标准液得到配置的实验样品，使用墙面腻子重金属工作曲线分析，验证工作曲线分析结果的准确性。分析结果的准确性对比见表 5。

表 5 不同品种分析结果的准确性

		mg/kg					
样品	品种	项目	Cd	Pb	PbLa	Hg	Cr
NY-1	内墙腻子	分析值	30.7	48.5	46.6	26.7	36.1
		参考配比值	31.0	45.0	45.0	23.9	36.3
		误差	-0.3	3.5	1.6	2.8	-0.2
NY-2	内墙腻子	分析值	31.9	48.8	52.9*	25.7	41.9
		参考配比值	31.4	45.7	45.7	23.9	38.0
		误差	0.5	3.1	7.2	1.8	3.9
NY-3	外墙腻子	分析值	30.7	45.0	55.4*	23.1	36.4
		参考配比值	30.9	45.1	45.1	23.9	36.4
		误差	-0.2	-0.1	10.3	-0.8	0
NY-4	外墙腻子	分析值	32.0	43.7	48.4	23.4	37.7
		参考配比值	31.0	46.1	46.1	25.9	37.0
		误差	1	-2.4	2.3	-2.5	0.7
NY-5	内墙腻子	分析值	28.9	46.6	48.7	26.3	34.9
		参考配比值	30.1	46.4	46.4	25.3	35.9
		误差	-1.2	0.2	2.3	1	-1
NY-6	外墙腻子	分析值	32.0	52.1	65.3*	23.3	36.1
		参考配比值	30.9	48.5	46.5	25.6	36.1
		误差	1.1	3.6	18.8	-2.3	0

注：* 标记的样品含有 As，AsKa 对 PbLa 存在重叠干扰，当 Pb、PbLa 有明显差异时，请参看谱图进行判定。

2.5 结果讨论

能量色散型 X 射线荧光光谱仪筛选分析墙面腻子涂料中的重金属含量，统计实验结果，重金属元素检出限在 5 mg/kg 以下，标准限值含量附近结果相对偏差小于 5%，分析误差可以满足墙面涂料国标重金属限量值的筛选测试要求。

■ 结论

岛津能量色散型 X 射线荧光光谱仪筛选分析墙面腻子涂料中的重金属元素含量，无需复杂前处理，具有分析过程简单、分析速度快、分析数据稳定性好、分析误差小、分析灵敏度高、无环境负担的优点，分析性能满足墙面涂料国标对重金属限量的筛选要求，适合实验室和现场的快速筛查分析，为涂料质量控制和科研提供科学的参考依据。

岛津应用云

