

ICS 87.040

G 51

备案号:21391—2007

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3950—2007

抗菌涂料

Antibacterial coating

时代壳微水泥

ALL NATURAL STUCCO

2007-07-20 发布

2008-01-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准规定了抗菌涂料的抗菌性能、抗霉菌性能以及对抗菌效果的评价方法,还规定了抗菌耐久性 & 寿命评价方法。本标准的抗菌性能要求和试验方法参考日本国家工业标准 JIS Z2801—2000《抗菌加工制品——抗菌性试验方法和抗菌效果》。

本标准的附录 A、附录 B 为规范性附录。

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:中国建筑材料科学研究总院、中国化工建设总公司常州涂料化工研究院、深圳方浩实业有限公司、立邦涂料(中国)有限公司、深圳市海川实业股份有限公司、广东省微生物分析检测中心、中国疾病预防控制中心、北京富亚涂料有限公司、广东美涂士化工有限公司、卜内门太古漆油(中国)有限公司、奥麒化工有限公司、上海富臣化工有限公司、北京星牌建材有限责任公司、海虹老人牌涂料(深圳)有限公司、江苏晨光涂料有限公司、江苏常泰纳米材料有限公司、德国莎哈利本化学有限公司。

本标准主要起草人:王静、冀志江、陈延东、赵玲、段质美、陈仪本、陈西平、李霞、蒋和平、肖波勇、许钧强、熊荣、董庆光、叶荣森、刘小健、乔亚玲、林丹、缪国元、吴金龙、于占锋、王继梅、丁楠。



时代壳微水泥

ALL NATURAL STUCCO

抗菌涂料

1 范围

本标准规定了建筑和木器用抗菌涂料的术语、定义、产品分类、技术要求、检测方法、检验规则、标志、包装和贮存。

本标准适用于具有抗菌功能的建筑用涂料和木器用涂料,其他涂料可参照使用。

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 3186 色漆、清漆和色漆与清漆用原材料——取样(GB/T 3186—2006, idt ISO 15528 : 2000)

GB 4789.2 食品卫生微生物学检验 菌落总数测定

GB/T 9750 涂料产品包装标志

GB/T 9756 合成树脂乳液内墙涂料

GB/T 13491 涂料产品包装通则

GB 18581 室内装饰装修材料 溶剂型木器涂料中有害物质限量

GB 18582 室内装饰装修材料 内墙涂料中有害物质限量

GB 19258 紫外线杀菌灯

GB 19489 实验室 生物安全通用要求

3 术语和定义

3.1

抑菌 bacteriostasis

抑制细菌、真菌、霉菌等微生物生长繁殖的作用叫做抑菌。

3.2

杀菌 sterilization

杀死细菌、真菌、霉菌等微生物营养体和繁殖体的作用叫做杀菌。

3.3

抗菌 antibacterial

抑菌和杀菌作用的总称为抗菌。

3.4

抗菌涂料 antibacterial coating

具有抗菌作用的涂料称为抗菌涂料。

4 产品分级

按抗菌效果的程度,抗菌涂料分为两个等级:Ⅰ级和Ⅱ级。Ⅰ级适用于抗菌性能要求高的场所,Ⅱ级适用于有抗菌性能要求的场所。

5 技术要求

- 5.1 抗菌涂料的常规性能:应符合相关产品标准规定的技术要求。
- 5.2 抗菌涂料的有害物质限量:合成树脂乳液水性内用抗菌涂料应符合 GB 18582 中技术要求规定,溶剂型木器抗菌涂料应符合 GB 18581 中技术要求规定。
- 5.3 抗菌涂料的抗菌性能应符合表 1 和表 2 的规定。

表 1 抗菌性能

项 目 名 称	抗菌率/%	
	I	II
抗菌性能	≥ 99	90
抗菌耐久性能	≥ 95	85

表 2 抗霉菌性能

项 目 名 称	长霉等级/级	
	I	II
抗霉菌性能	0	1
抗霉菌耐久性能	0	1

6 试验方法

6.1 取样

产品按 GB/T 3186 的规定进行取样。样品分为两份:一份密封保存;另一份作为检验用样品。

6.2 抗菌涂料的物理性能

按相关产品标准规定的检验方法进行检验。

6.3 抗菌涂料的有害物质含量

按 GB 18582 或 GB 18581 中试验方法的规定进行抗菌涂料有害物质限量检验。

6.4 抗菌性能试验

按附录 A 规定的方法进行试验。从事抗菌试验的实验室应符合 GB 19489 规定的实验室生物安全管理和设施条件要求。

6.5 抗霉菌性能试验

按照附录 B 规定的方法进行试验。从事抗霉菌试验的实验室应符合 GB 19489 规定的实验室生物安全管理和设施条件要求。

6.6 抗菌耐久性能试验

采用 1 支 30 W、波长为 253.7 nm 的紫外灯,紫外灯符合 GB 19258,抗菌涂料试板距离紫外灯 0.8 m~1.0 m,照射 100 h,经处理后的试板抗菌耐久性能按附录 A 和附录 B 方法进行试验。

7 检验规则

7.1 检验分类

产品检验分出厂检验和型式检验。

7.1.1 出厂检验项目按照相关涂料产品标准中规定的出厂检验项目进行。

7.1.2 型式检验项目包括本标准所列的全部技术要求。

7.1.2.1 正常生产情况下,每半年至少进行一次型式检验。

7.1.2.2 有下列情况之一时,应进行型式检验:

- a) 产品试生产定型鉴定时。
- b) 产品主要原材料及用量或生产工艺有重大变更时。
- c) 停产半年以上又恢复生产时。
- d) 国家技术监督机构提出型式检验时。

7.2 检验结果的判定

7.2.1 检验结果的判定按 GB/T 1250 中修约值比较法进行。

7.2.2 抗菌性能和抗霉菌性能 4 项指标均达到 I 级时,该抗菌涂料样品可判为 I 级,其中有 1 项不符合即判为 II 级。

7.2.3 抗菌性能和抗霉菌性能 4 个项目的检验结果均达到本标准要求时,该产品为符合本标准要求。如有一项检验结果未达到本标准要求时,应对保存样品进行复验,如复验结果仍未达到标准要求时,该产品为不符合本标准要求。

8 标志、包装和贮存

8.1 标志

8.1.1 产品包装标志除应符合 GB/T 9750 的规定外,按本标准检验合格的产品可在包装标志上明示。

8.1.2 对于由双组分或多组分配套组成的涂料,包装标志上应明确各组分配比。对于施工时需要稀释的涂料,包装标志上应明确稀释比例。

8.2 包装

按 GB/T 13491 中各级包装要求的规定进行。

8.3 贮存

产品贮存时应保证通风、干燥,防止日光直接照射,水性抗菌涂料冬季时应采取适当防冻措施,溶剂型抗菌涂料应采取防火措施。产品应根据其类型定出贮存期,并在包装标志上明示。

ALL NATURAL STUCCO

附录 A

(规范性附录)

抗菌涂料——抗细菌性能试验方法

A.1 原则

本方法通过定量接种细菌于待检验样板上,用贴膜的方法使细菌均匀接触样板,经过一定时间的培养后,检测样板中的活菌数,并计算出样板的抗菌率。

A.2 条件

A.2.1 主要设备

A.2.1.1 恒温培养箱(37 ± 1) °C、冷藏箱 $0 \text{ } ^\circ\text{C} \sim 5 \text{ } ^\circ\text{C}$ 、超净工作台、生物光学显微镜、压力蒸汽灭菌器、电热干燥箱。

A.2.1.2 灭菌平皿、灭菌试管、灭菌移液管、接种环、酒精灯。

A.2.2 主要材料

A.2.2.1 覆盖膜

聚乙烯薄膜,标准尺寸为 $(40 \pm 2) \text{ mm} \times (40 \pm 2) \text{ mm}$,厚度为 $0.05 \text{ mm} \sim 0.10 \text{ mm}$ 。用 70%乙醇溶液浸泡 10min,再用无菌水冲洗,自然干燥。

A.2.2.2 培养基

A.2.2.2.1 营养肉汤培养基(NB)

牛肉膏	5.0 g
蛋白胨	10.0 g
氯化钠	5.0 g

制法:取上述成分依次加入 1 000 mL 蒸馏水中,加热溶解后,用 0.1 mol/L NaOH 溶液(分析纯)调节 pH 值为 7.0~7.2,分装后置压力蒸汽灭菌器内,121 °C 灭菌 30min。

A.2.2.2.2 营养琼脂培养基(NA)

1 000 mL 营养肉汤(NB)中加入 15 g 琼脂,加热熔化,用 0.1 mol/L NaOH 溶液调节 pH 值为 7.0~7.2,分装后置压力蒸汽灭菌器内,121 °C 灭菌 30min。

A.2.2.3 试剂

A.2.2.3.1 消毒剂

70%乙醇溶液。

A.2.2.3.2 洗脱液

含 0.85% NaCl 的生理盐水。为便于洗脱可加入 0.2% 无菌表面活性剂(如吐温 80)。用 0.1 mol/L NaOH 溶液或 0.1 mol/L HCl 溶液调节 pH 值为 7.0~7.2,分装后置压力蒸汽灭菌器内,121 °C 灭菌 30min。

A.2.2.3.3 培养液

营养肉汤(NB)/生理盐水溶液。建议用于大肠杆菌的培养液浓度为 1/500,金黄色葡萄球菌的培养液浓度为 1/100。为便于细菌分散可加入少量无菌表面活性剂(如吐温 80)。用 0.1 mol/L NaOH 溶液或 0.1 mol/L HCl 溶液调节 pH 值为 7.0~7.2,分装后置压力蒸汽灭菌器内,121 °C 灭菌 30min。

A.2.3 检验菌种

- 金黄色葡萄球菌(*Staphylococcus aureus*) ATCC 89。
- 大肠埃希氏菌(*Escherichia coli*) ATCC 90。

根据产品的使用要求,可增加选用其他菌种作为检验菌种,但菌种应由国家级菌种保藏管理中心

提供。

A.2.4 样品

A.2.4.1 阴性对照样品

编号 A, 是直径 90 mm 或 100 mm 的灭菌培养皿的 50 mm×50 mm 内平板。

A.2.4.2 空白对照样品

编号 B, 是未添加抗菌成分的涂料试板, 此对照涂料样品要求不含有任何无机或有机抗菌剂、防霉剂、防腐剂, 可由中国建筑材料科学研究总院定点供应。

A.2.4.3 抗菌涂料试验样品

编号 C, 是添加抗菌成分的涂料试板。

A.2.4.4 涂料试板制备

制备试板所用底材通常是实际使用底材(例如水泥板、木板、金属板、塑料板、贴膜纸板)。涂料的施涂一般为两次涂刷, 第一遍表干后涂刷第二遍, 涂膜厚度湿膜小于 100 μm 。试板涂刷后于标准条件下干燥 7 天(夏天南方梅雨季节要求在空调条件下干燥 7 天), 保证试板漆膜完全干后再用于实验。

将涂刷好的试板裁成 50 mm×50 mm 大小的试板十片, 在试验前应进行消毒, 建议用超净工作台紫外灭菌灯消毒处理试板 5 min, 备用。

A.3 操作步骤

A.3.1 菌种保藏

将菌种接种于营养琼脂培养基(NA)斜面上, 在 $(37\pm 1)^\circ\text{C}$ 下培养 24 h 后, 在 $0^\circ\text{C}\sim 5^\circ\text{C}$ 下保藏(不得超过 1 个月), 作为斜面保藏菌。

A.3.2 菌种活化

使用保藏时间不超过 2 周的菌种, 将斜面保藏菌转接到平板营养琼脂培养基上, 在 $(37\pm 1)^\circ\text{C}$ 下培养 18 h~20 h, 试验时应采用连续转接 2 次后的新鲜细菌培养物(24 h 内转接的)。

A.3.3 菌悬液制备

用接种环从 A.3.2 培养基上取少量(刮 1~2 环)新鲜细菌, 加入培养液中, 并依次做 10 倍递增稀释液, 选择菌液浓度为 $(5.0\sim 10.0)\times 10^5$ cfu/mL 的稀释液作为试验用菌液, 按 GB 4789.2《食品卫生微生物学检验 菌落总数测定》的方法操作。

A.3.4 样品试验

分别取 0.4 mL~0.5 mL 试验用菌液(A.3.3)滴加在阴性对照样(A)、空白对照样(B)和抗菌涂料样(C)上。

用灭菌镊子夹起灭菌覆盖膜分别覆盖在样(A)、样(B)和样(C)上, 一定要铺平且无气泡, 使菌均匀接触样品, 置于灭菌皿中, 在 $(37\pm 1)^\circ\text{C}$ 、相对湿度 $\text{RH}>90\%$ 条件下培养 24 h。每个样品做 3 个平行试验。

取出培养 24 h 的样品, 分别加入 20 mL 洗液, 反复洗样(A)、样(B)、样(C)及覆盖膜(最好用镊子夹起薄膜冲洗), 充分摇匀后, 取洗液接种于营养琼脂培养基(NA)中, 在 $(37\pm 1)^\circ\text{C}$ 下培养 24 h~48 h 后活菌计数, 按 GB 4789.2《食品卫生微生物学检验 菌落总数测定》的方法测定洗液中的活菌数。

A.4 检验结果计算

将以上测定的活菌数结果乘以 1000 为样品 A、样品 B、样品 C 培养 24 h 后的实际回收活菌数值, 数值分别为 A、B、C, 保证试验结果要满足以下要求, 否则试验无效:

同一空白对照样品 B 的 3 个平行活菌数值要符合(最高对数值-最低对数值)/平均活菌数值对数值 ≤ 0.3 ;

样品 A 的实际回收活菌数值 A 应均不小于 1.0×10^5 cfu/片, 且样品 B 的实际回收活菌数值 B 应

HG/T 3950—2007

均不小于 1.0×10^4 cfu/片。

抗细菌率计算公式为：

$$R(\%) = (B - C) / B \times 100\%$$

式中：

R——抗细菌率(%)，数值取三位有效数字；

B——空白对照样 24 h 后平均回收菌数(cfu/片)；

C——抗菌涂料样 24 h 后平均回收菌数(cfu/片)。



时代壳微水泥

ALL NATURAL STUCCO

附录 B

(规范性附录)

抗菌涂料——抗霉菌性能试验方法

B.1 原则

本方法用以测定抗菌涂料在霉菌生长的条件下对霉菌的抑制作用。

本方法规定将一定量的孢子悬液喷在待测样品和培养基上,通过直接观测长霉程度来评价抗菌涂料的长霉等级。

B.2 条件

B.2.1 主要设备

B.2.1.1 恒温恒湿培养箱(28 ± 1) $^{\circ}\text{C}$ 和相对湿度 $\text{RH} > 90\%$ 、冷藏箱 $0^{\circ}\text{C} \sim 10^{\circ}\text{C}$ 、超净工作台、离心机、生物光学显微镜、压力蒸汽灭菌器、电热干燥箱。

B.2.1.2 血球计数板、灭菌平皿、灭菌试管、灭菌移液管、灭菌离心管、灭菌锥形瓶、接种环、酒精灯。

B.2.2 主要材料

B.2.2.1 阴性对样品

25 mm \times 25 mm 无菌滤纸。

B.2.2.2 空白对样品

编号 A,是未添加抗菌成分的涂料试板,对样品要求与 A.2.4.2 中要求一致,样品试板制备参照 A.2.4.4 进行。

B.2.2.3 抗菌涂料试验样品

编号 B,是添加抗菌成分的抗菌涂料试板,样品试板制备参照 A.2.4.4 进行。

以上 B.2.2.2 和 B.2.2.3 中所有样品试验前均应进行消毒,建议用无菌水冲洗,然后用灭菌紫外灯照射灭杂菌 5min。

B.2.3 试剂和培养基

B.2.3.1 营养盐培养液

硝酸钠(NaNO_3)	2.0 g
磷酸二氢钾(KH_2PO_4)	0.7 g
磷酸氢二钾(K_2HPO_4)	0.3 g
氯化钾(KCl)	0.5 g
硫酸镁($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)	0.5 g
硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)	0.01 g
蔗糖	5 g

制法:取上述成分加入 1 000 mL 0.05% 润湿剂水溶液中,加热溶解后,用 0.1 mol/L NaOH 溶液调节 pH 值使灭菌后为 6.0~6.5,分装后置压力蒸汽灭菌器内 115°C 灭菌 30min。

B.2.3.2 营养盐琼脂培养基

1 000 mL 营养盐培养液中加入 15 g 琼脂,加热熔化,用 0.1 mol/L NaOH 溶液调节 pH 值使灭菌后为 6.0~6.5,分装后置压力蒸汽灭菌器内 115°C 灭菌 30min。

B.2.3.3 马铃薯-葡萄糖琼脂培养基(PDA)

马铃薯用水洗净,去皮切成小块。称取 200 g,加 1 000 mL 蒸馏水,加热煮沸 1 h。然后用双层纱布挤出滤液,将滤液加蒸馏水 1 000 mL,加入葡萄糖 20 g,琼脂 20 g,加热熔化,用 0.1 mol/L NaOH 溶液调节 pH 值使灭菌后为 6.0~6.5, 115°C 灭菌 30min。

B. 2. 3. 4 试剂**B. 2. 3. 4. 1 消毒剂**

70%乙醇溶液。

B. 2. 3. 4. 2 洗脱液

吐温 80、N-甲基乙磺酸(N-methyltaurine)和二辛磺化丁二酸钠(Dioctyl Sodium Sulphosuccinate),以上润湿剂任选一种,制成含 0.05%润湿剂水溶液,调节 pH 值使灭菌后为 6.0~6.5,115℃灭菌 30min。

B. 2. 4 检测菌种

序号	名称	菌号
1	黑曲霉(<i>Aspergillus niger</i>)	AS3. 4463
2	土曲霉(<i>Aspergillus terreus</i>)	AS3. 3935
3	宛氏拟青霉(<i>Paecilomyces Varioti</i>)	AS3. 4253
4	绳状青霉(<i>Penicillium funiculosum</i>)	AS3. 3875
5	出芽短梗霉(<i>Aureobasium Pullulans</i>)	AS3. 3984
6	球毛壳(<i>Chaetomium globosum</i>)	AS3. 4254

根据产品的使用要求,可增加选用其他菌种作为检测菌种,但菌种应由国家级菌种保藏管理中心提供。

B. 3 操作步骤**B. 3. 1 菌种保藏**

将菌种分别接种在马铃薯-葡萄糖琼脂培养基(PDA)斜面上,在 28℃~30℃下培养 7 d~14 d 后,在 5℃~10℃下保藏(不得超过 4 个月),作为保藏菌。

B. 3. 2 菌种活化

将保藏菌接种在 PDA 斜面培养基试管中,培养 7 d~14 d,使生成大量孢子。未制备孢子悬液时,不得拔去棉塞。每打开 1 支只供制备 1 次悬液,每次制备孢子悬液必须使用新培养的霉菌孢子。

B. 3. 3 孢子悬液制备

在培养 7 d~14 d 内 B. 3. 2 的 PDA 斜面培养基中加入少量无菌蒸馏水,用灭菌接种针轻轻刮取表面的新鲜霉菌孢子,将孢子悬液置于 50 mL 锥形瓶内,然后注入 40 mL 洗脱液。

锥形瓶中加入直径 5 mm 的玻璃珠 10~15 粒与孢子混合,密封后置水浴振荡器中不断振荡使成团的孢子散开,然后用单层纱布过滤以除去菌丝。将其装入灭菌离心管中,用离心机分离沉淀孢子,去上清液。再加入 40 mL 洗脱液,重复离心操作 3 次。

用营养盐培养液稀释孢子悬液,用血球计数板计数,制成浓度为 $(1 \times 10^6 \pm 2 \times 10^5)$ spores/mL 的霉菌孢子悬液。

6 种霉菌均用以上方法制成孢子悬液,将 6 种孢子悬液等量混合在一起,充分振荡使其均匀分散。

混合孢子悬液应在当天使用,若不在当天使用应在 3℃~7℃保存,4 日内使用。

B. 3. 4 平板培养基制备

无菌平皿中均匀注入营养盐琼脂培养基,厚度 3 mm~6 mm,凝固后待用(48 h 内使用)。

B. 3. 5 霉菌活性控制

阴性对照样品(无菌滤纸)铺在平板培养基上,用装有新制备的混合孢子悬液的喷雾器喷孢子悬液,使其充分均匀地喷在培养基和滤纸上。

在温度 28℃,相对湿度 90% RH 以上的条件下培养 7 d,滤纸条上应明显有菌生长,否则试验应被认为无效,应重新进行试验。

B.3.6 样品试验

同时空白对照样品 A、抗菌涂料试板 B 也分别铺在培养基上,喷孢子悬液,使其充分均匀地喷在培养基和样品上。每个样品做 5 个平行试验。

以上样品在温度 28 ℃,相对湿度 90 % RH 以上的条件下培养 28 d,若样品长霉面积大于 10 %,可提前结束实验。

B.4 检验结果

取出样品需立即进行观察,空白对照样品 A 长霉面积应不小于 10 %,否则不能作为该试验的空白对照样品。每种样品 5 个平行中以 3 个以上同等级的定为该样品的长霉等级。

样品长霉等级:

- 0 级 不长,即显微镜(放大 50 倍)下观察未见生长。
- 1 级 痕迹生长,即肉眼可见生长,但生长覆盖面积小于 10 %。
- 2 级 生长覆盖面积大于 10 %。



时代壳微水泥

ALL NATURAL STUCCO