

**TCVN 10519:2014
ISO 3251:2008**

Xuất bản lần 1

**SƠN, VECNI VÀ CHẤT DẺO –
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHẤT KHÔNG BAY HƠI**

*Paints, varnishes and plastics –
Determination of non-volatile-matter content*

HÀ NỘI – 2014

Mục lục

Trang

Lời nói đầu	4
1 Phạm vi áp dụng	5
2 Tài liệu viện dẫn	6
3 Thuật ngữ và định nghĩa.....	6
4 Thiết bị, dụng cụ và vật liệu	6
5 Lấy mẫu	7
6 Cách tiến hành	8
7 Điều kiện thử bổ sung	9
8 Biểu thị kết quả	9
9 Độ chụm.....	10
10 Báo cáo thử nghiệm	10
Phụ lục A (tham khảo) Thông số thử nghiệm thường được sử dụng	11
Thư mục tài liệu tham khảo	12

Lời nói đầu

TCVN 10519:2014 hoàn toàn tương đương ISO 3251:2008.

TCVN 10519:2014 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC35 *Son và vecni* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Sơn, vecni và chất dẻo – Xác định hàm lượng chất không bay hơi

Paints, varnishes and plastics – Determination of non-volatile-matter content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng chất không bay hơi theo khối lượng của sơn, vecni, chất kết dính dùng cho sơn và vecni, polyme phân tán và nhựa trùng ngưng như nhựa phenolic (resol, dung dịch novolak, v.v...).

Phương pháp này cũng có thể áp dụng cho chất phân tán có chứa chất độn, bột màu và các phụ gia khác (ví dụ: tác nhân làm đặc và tạo màng). Phương pháp này có thể sử dụng được đối với polyme phân tán không hóa dẻo và latex cao su, cặn không bay hơi (chủ yếu gồm vật liệu polyme và lượng nhỏ các phụ gia như chất nhũ hóa, dung dịch keo bảo vệ, chất ổn định, dung môi được bổ sung làm chất tạo màng và đặc biệt đối với latex cao su - chất bảo quản) phải ổn định về mặt hóa học ở các điều kiện thử nghiệm. Đối với các mẫu hóa dẻo, phần cặn, theo định nghĩa, thường bao gồm chất hóa dẻo.

CHÚ THÍCH 1: Hàm lượng chất không bay hơi của sản phẩm không phải là một số tuyệt đối mà phụ thuộc vào nhiệt độ và thời gian gia nhiệt được sử dụng để xác định. Kết quả là khi sử dụng phương pháp này, chỉ các giá trị tương đối và không đúng đối với hàm lượng chất không bay hơi đạt được do sự giữ dung môi, sự phân hủy nhiệt và bay hơi của các cấu tử có khối lượng phân tử thấp. Vì vậy, phương pháp này trước hết dùng để thử nghiệm các mẻ khác nhau của sản phẩm cùng loại.

CHÚ THÍCH 2: Phương pháp này thích hợp với latex cao su tổng hợp miễn là gia nhiệt trong thời gian cụ thể được xem là thích hợp (TCVN 6315 (ISO 124) qui định gia nhiệt cho đến khi hao hụt khối lượng của 2 g phần mẫu thử theo thời gian gia nhiệt liên tiếp nhỏ hơn 0,5 mg).

CHÚ THÍCH 3: Phương pháp nội bộ nhằm xác định chất không bay hơi của sơn và vecni làm khô bằng bức xạ hồng ngoại hoặc vi sóng. Không thể tiêu chuẩn hóa những phương pháp này do những phương pháp này thường không thể áp dụng phổ biến. Một số thành phần polyme có xu hướng phân hủy trong quá trình xử lý và do vậy mang lại kết quả sai.

TCVN 10518 (ISO 3233) và ISO 23811 qui định phương pháp xác định thể tích chất không bay hơi trong sơn, vecni và các sản phẩm liên quan.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết để áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 2090 (ISO 15528), *Sơn, vecni và nguyên liệu cho sơn và vecni – Lấy mẫu.*

TCVN 2092 (ISO 2431), *Sơn và vecni – Xác định thời gian chảy bằng phễu chảy.*

TCVN 5598 (ISO 123), *Latex cao su – Lấy mẫu.*

TCVN 5669 (ISO 1513), *Sơn và vecni – Kiểm tra và chuẩn bị mẫu thử.*

TCVN 6315 (ISO 124), *Latex, cao su – Xác định tổng hàm lượng chất rắn.*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này, sử dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau:

3.1

Chất không bay hơi (non-volatile matter)

NV

Cặn tính theo khối lượng nhận được bằng cách làm bay hơi trong các điều kiện xác định.

[ISO 4618:2006]

4 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thử nghiệm cùng với các thiết bị, dụng cụ sau:

4.1 Đối với sơn, vecni, chất tạo màng dùng cho sơn và vecni và polyme phân tán:

Đĩa có đáy phẳng, làm bằng kim loại hoặc thủy tinh, có đường kính trong của đáy (75 ± 5) mm, chiều cao của mép đĩa ít nhất là 5 mm.

Đĩa có đường kính khác nhau có thể được sử dụng tùy theo sự thỏa thuận giữa các bên liên quan. Đường kính đĩa theo thỏa thuận phải nằm trong phạm vi $\pm 5\%$.

CHÚ THÍCH 1: Đối với latex cao su, nên sử dụng đĩa không có mép.

CHÚ THÍCH 2: Đối với polyme phân tán có độ nhớt cao hoặc latex, nên sử dụng lá nhôm có độ dày khoảng 0,1 mm, được cắt thành các hình chữ nhật có kích cỡ khoảng (70 ± 10) mm $\times$ (120 ± 10) mm có thể gấp đôi được, do đó chất lỏng nhớt được trải đều bằng cách bóp nhẹ hai nửa với nhau.

4.2 Đối với nhựa lỏng liên kết ngang (nhựa phenolic):

Đĩa có đáy phẳng, làm bằng kim loại hoặc thủy tinh, có đường kính trong của đáy (75 ± 1) mm, chiều cao của mép đĩa ít nhất là 5 mm, để sử dụng với 3 g phần mẫu thử.

Có thể sử dụng đĩa có đường kính khác nhau miễn là khối lượng của phần mẫu thử m , tính bằng gam, được tính từ công thức sau để đảm bảo độ dày màng có thể so sánh được.

$$m = 3 \times \left(\frac{d}{75} \right)^2 \quad (1)$$

trong đó:

d là đường kính của đáy đĩa, tính bằng milimét;

3 là khối lượng danh nghĩa của phần mẫu thử (3 g);

75 là đường kính danh nghĩa của đĩa (75 mm).

4.3 Tủ sấy không khí, được thiết kế để thực hiện thử nghiệm trong điều kiện an toàn và có khả năng kiểm soát tại nhiệt độ qui định hoặc thỏa thuận (xem Điều 7), chính xác đến ± 2 °C (đối với nhiệt độ lên đến 150 °C) hoặc $\pm 3,5$ °C (đối với nhiệt độ trên 150 °C và lên đến 200 °C). Tủ sấy phải vừa với thiết bị thông khí cưỡng bức, ngoại trừ trong trường hợp nhựa phenolic khi tủ sấy đối lưu tự nhiên có tấm kim loại được đục lỗ tại vị trí một phần ba chiều cao tủ sấy có thể được sử dụng.

CẢNH BÁO: Để bảo vệ phòng chống cháy, nổ, sản phẩm có chứa chất bay hơi dễ cháy phải được thao tác cẩn thận. Các qui định quốc gia phải được tuân thủ.

Đối với một số ứng dụng, việc làm khô bằng chân không có thể thích hợp hơn. Trong trường hợp này, các điều kiện phải được thỏa thuận hoặc sử dụng phương pháp qui định trong TCVN 6315 (ISO 124). Đối với phép thử trọng tải, các bên phải sử dụng tủ sấy có kết cấu tương đương.

4.4 Cân phân tích, có khả năng cân chính xác đến 0,000 1 g.

4.5 Bình hút ẩm, chứa chất hút ẩm phù hợp, ví dụ gel silica khô được tẩm coban clorua.

5 Lấy mẫu

Lấy mẫu đại diện của sơn, vecni và chất tạo màng đối với sơn và vecni theo qui định trong TCVN 2090 (ISO 15528). Lấy mẫu đại diện của polyme phân tán và latex cao su theo qui định trong TCVN 5598 (ISO 123).

Kiểm tra và chuẩn bị mẫu sơn và vecni để thử nghiệm theo qui định trong TCVN 5669 (ISO 1513).

6 Cách tiến hành

Tiến hành phép xác định song song.

Tẩy nhòen và làm sạch đĩa (4.1 hoặc 4.2).

Để độ chụm tốt hơn, đĩa nên được sấy khô trong tủ sấy (4.3) tại nhiệt độ xác định hoặc thỏa thuận theo thời gian xác định hoặc thỏa thuận (xem Điều 7) và bảo quản trong bình hút ẩm (4.5) cho đến khi được sử dụng.

Xác định khối lượng đĩa sạch, khô (m_0) chính xác đến 1 mg. Cân phần mẫu thử (xem Điều 7), chính xác đến 1 mg, trong đĩa (m_1) và dàn đều. Trong trường hợp sản phẩm có độ nhớt cao (độ nhớt $\nu \geq 500$ mPa.s tại tốc độ trượt 100 s^{-1} hoặc thời gian chảy $t \geq 74$ s được đo bằng phễu chảy có đường kính 6 mm theo TCVN 2092 (ISO 2431)) hoặc sản phẩm tạo thành lớp màng, trải đều phần mẫu thử đồng nhất bằng sợi kim loại đã biết trước khối lượng (ví dụ kẹp giấy không mạ phủ, uốn cong) nếu cần thiết sau khi cho thêm 2 mL dung môi phù hợp.

Nhựa trùng ngưng khi dùng cho sơn và vecni và cho ứng dụng thông thường khác (ví dụ chất ăn mòn, lớp lót ma sát, chất gắn kết lò đúc và vật liệu tạo khuôn) yêu cầu khối lượng phần mẫu thử cao hơn do các vật liệu được sử dụng cho những ứng dụng này cần được thử nghiệm bằng các lớp dày hơn sao cho đơn các monomer của nhựa trùng ngưng có thể phản ứng trong quá trình đan lưới. Đối với thử nghiệm so sánh, độ dày của lớp phần mẫu thử trong đĩa là không đổi. Do vậy, đường kính đĩa phải là (75 ± 1) mm hoặc phải sử dụng công thức được nêu trong 4.2.

CHÚ THÍCH 1: Hàm lượng chất không bay hơi của phần mẫu thử bị ảnh hưởng lớn bởi sự phân bố phần mẫu thử vào trong đĩa như thế nào và trong thời gian bao lâu. Nếu phần mẫu thử được phân bố không đều, ví dụ do độ nhớt cao, hàm lượng chất không bay hơi biểu kiến sẽ cao hơn.

Để đạt được độ chụm tốt hơn khi thử nghiệm sơn, vecni và chất tạo màng dùng cho sơn và vecni, nên luôn luôn bổ sung 2 mL dung môi bay hơi cao phù hợp.

Đĩa cũng nên được che đậy trong quá trình cân.

Trong trường hợp sản phẩm dễ bay hơi, một phần của toàn bộ mẫu hỗn hợp được đặt trong bình có nút đóng chặt hoặc trong pipet cân hoặc trong xylanh dung tích 10 mL không có kim. Phần mẫu thử được cân theo các dụng cụ đựng khác nhau, chính xác đến 1 mg, trong đĩa và được phân bố đều trên đáy đĩa.

Nếu cho thêm dung môi, đĩa có phần mẫu thử nên được để yên tại nhiệt độ phòng trong 10 min đến 15 min.

Khi gia nhiệt, hệ nước như polyme phân tán và latex cao su bắn tóe lên, do vậy lớp màng trên bề mặt cũng có thể bị ảnh hưởng bởi nhiệt độ, dòng khí trong tủ sấy và có thể cả độ ẩm tương đối. Trong những trường hợp như vậy, độ dày của lớp vật liệu trong đĩa sẽ được giữ càng nhỏ càng tốt.

Sau khi cân và bổ sung dung môi, chuyển đĩa vào trong tủ sấy và để nguội đến nhiệt độ phòng hoặc đặt đĩa trong môi trường không có bụi để cho nguội dần.

CHÚ THÍCH 2: Độ chụm của phương pháp có thể bị tác động bởi việc không sử dụng bình hút ẩm.

Cân đĩa và phần cặn (m_2) chính xác đến 1 mg.

7 Điều kiện thử bổ sung

Đối với bất kỳ ứng dụng cụ thể nào của phương pháp được qui định trong tiêu chuẩn này, có thể cần bổ sung các chi tiết vào trong các Điều trước.

Để giúp phương pháp này được thực hiện, thông số thử nghiệm sau đây phải được qui định:

- a) nhiệt độ thử nghiệm;
- b) thời gian gia nhiệt;
- c) khối lượng phần mẫu thử.

Những giá trị thông số thường sử dụng được nêu trong Phụ lục A.

8 Biểu thị kết quả

Tính hàm lượng chất không bay hơi NV, tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức sau:

$$NV = \frac{(m_2 - m_0)}{(m_1 - m_0)} \times 100 \quad (2)$$

trong đó:

m_0 là khối lượng của đĩa trống, tính bằng gam;

m_1 là khối lượng của đĩa chứa phần mẫu thử, tính bằng gam;

m_2 là khối lượng của đĩa chứa cặn, tính bằng gam.

Nếu hai kết quả (song song) chênh lệch nhau lớn hơn 2 % (liên quan đến giá trị trung bình) đối với sơn, vecni và chất kết dính hoặc lớn hơn 0,5 % đối với polyme phân tán, ví dụ nếu chúng là 53,7 % và 53,1 %, lặp lại quy trình qui định trong Điều 6.

Tính giá trị trung bình của hai kết quả hợp lệ (tái lặp) và báo cáo kết quả thử nghiệm chính xác đến 0,1 % (theo khối lượng).

9 Độ chụm

9.1 Giới hạn độ lặp lại r

Giới hạn độ lặp lại, r , là giá trị mà dưới giá trị đó chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử đơn lẻ, từng giá trị trung bình của phép xác định song song, có thể chấp nhận được khi phương pháp thử này được sử dụng theo các điều kiện độ lặp lại. Trong những trường hợp như vậy, kết quả thử nghiệm đạt được trên cùng vật liệu thử nghiệm bởi một người thực hiện trong một phòng thử nghiệm trong khoảng thời gian ngắn, sử dụng phương pháp thử đã được tiêu chuẩn hóa. Trong tiêu chuẩn này, r là:

2 % (tuyệt đối) đối với sơn, vecni và chất kết dính,

0,6 % (tuyệt đối) đối với polyme phân tán,

với xác suất 95 %.

9.2 Giới hạn độ tái lập R

Giới hạn độ tái lập, R , là giá trị mà dưới giá trị đó chênh lệch tuyệt đối giữa các kết quả thử đơn lẻ, từng giá trị trung bình của phép xác định song song, có thể chấp nhận được khi phương pháp thử này được sử dụng theo các điều kiện độ tái lập. Trong những trường hợp như vậy, các kết quả thử nghiệm đạt được trên vật liệu đồng nhất bởi những người thực hiện trong các phòng thử nghiệm khác nhau, sử dụng phương pháp thử đã được tiêu chuẩn hóa. Trong tiêu chuẩn này, R là:

4 % (tuyệt đối) đối với sơn, vecni và chất kết dính,

1 % (tuyệt đối) đối với polyme phân tán,

với xác suất 95 %.

10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm ít nhất các thông tin sau:

- a) viện dẫn tiêu chuẩn này [TCVN 10519 (ISO 3251)];
- b) tất cả các chi tiết cần thiết để xác định hoàn toàn sản phẩm được thử nghiệm (nhà sản xuất, thương hiệu, số lô, v.v...);
- c) loại đĩa được sử dụng;
- d) loại tủ sấy được sử dụng;
- e) nhiệt độ tủ sấy và thời gian gia nhiệt;
- f) loại dung môi được bổ sung (nếu có thể áp dụng được);
- g) kết quả thử nghiệm, như được thể hiện trong Điều 8;
- h) bất kỳ sai lệch nào so với phương pháp được xác định;
- i) ngày thử nghiệm.

Phụ lục A

(tham khảo)

Thông số thử nghiệm thường được sử dụng**Bảng A.1 - Thông số thử nghiệm thường được sử dụng đối với sơn, vecni, chất tạo màng đối với sơn và vecni và nhựa dẻo phenolic lỏng**

Thời gian gia nhiệt min	Nhiệt độ °C	Khối lượng phần mẫu thử g	Ví dụ về loại sản phẩm
20	200	$1 \pm 0,1^a$	Nhựa dạng bột
60	80	$1 \pm 0,1^a$	Xenlulo nitrat, sơn xenlulo nitrat, nhựa polyisocyanate ^b
60	105	$1 \pm 0,1^a$	Chất dẫn xuất xenlulo, sơn xenlulo và sơn, sơn khô trong không khí, nhựa polyisocyanate ^b
60	125	$1 \pm 0,1^a$	Nhựa tổng hợp (bao gồm nhựa polyisocyanate ^b), sơn sậy (nướng), nhựa acrylate (điều kiện ưu tiên)
60	150	$1 \pm 0,1^a$	Sơn sậy nóng (nướng), nhựa acrylate
30	180	$1 \pm 0,1^a$	Sơn tĩnh điện
120	80	$1 \pm 0,1^a$	Hệ sơn hoạt tính, ví dụ sơn hoàn thiện lại ô tô
60	135 ^c	$3 \pm 0,5$	Nhựa phenolic lỏng

^a Phần mẫu thử khác với 1 g có thể được sử dụng theo thỏa thuận của các bên liên quan. Nếu trong trường hợp này, nên sử dụng phần mẫu thử không lớn hơn ($2 \pm 0,2$) g. Đối với nhựa có chứa dung môi có điểm sôi từ 160 °C đến 200 °C, nên sử dụng nhiệt độ từ sấy 160 °C. Nếu xuất hiện dung môi có điểm sôi thậm chí cao hơn, các điều kiện sẽ theo sự thỏa thuận của các bên liên quan.

^b Các thông số thử nghiệm sẽ phụ thuộc vào loại nhựa polyisocyanate riêng lẻ theo thử nghiệm.

^c Nhiệt độ khác có thể được sử dụng. Nhiệt độ được lựa chọn khác nên sử dụng là 120 °C và 150 °C.

Bảng A.2 - Thông số thử nghiệm thường được sử dụng đối polyme phân tán

Thời gian gia nhiệt min	Nhiệt độ °C	Khối lượng phần mẫu thử g	Phương pháp ^a
120	80	$1 \pm 0,2^b$	A
60	105	$1 \pm 0,2^b$	B
60	125	$1 \pm 0,2^b$	C
30	140	$1 \pm 0,2^b$	D

^a Các điều kiện được sử dụng sẽ phụ thuộc vào loại polyme phân tán hoặc latex cần thử nghiệm và sẽ được lựa chọn theo thỏa thuận của các bên liên quan.

^b Phần mẫu thử khác với 1 g có thể được sử dụng theo thỏa thuận giữa các bên liên quan. Tuy nhiên, kích cỡ của phần mẫu thử không được quá 2,5 g.

Phần mẫu thử có khối lượng 0,2 g đến 0,4 g, cân chính xác đến 0,1 mg, cũng có thể được sử dụng. Trong trường hợp này, thời gian gia nhiệt có thể được giảm bớt miễn là thời gian được thiết lập (bằng các phép đo trên loại phân tán cần thử nghiệm) sao cho đạt được kết quả giống nhau theo các điều kiện được nêu trong bảng.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 10518 (ISO 3233), *Sơn, vecni và chất dẻo – Xác định phần trăm thể tích chất không bay hơi bằng cách xác định khối lượng riêng của lớp phủ khô.*
 - [2] ISO 4618:2006, *Paint and varnishes – Term and definitions (Sơn và vecni – Thuật ngữ và định nghĩa).*
 - [3] ISO 23811, *Paints and varnishes – Determination of percentage volume of non-volatile matter – Simple practical method (Sơn và vecni – Xác định phần trăm thể tích chất không bay hơi – Phương pháp thực tế đơn giản).*
-