

**TCVN 7892 : 2008
ASTM D 1613 – 06**

Xuất bản lần 1

**DUNG MÔI DỄ BAY HƠI VÀ HÓA CHẤT TRUNG GIAN
DÙNG CHO SƠN, VECNI, SƠN BÓNG VÀ CÁC SẢN PHẨM
LIÊN QUAN – PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH ĐỘ AXIT**

Volatile solvents and chemical intermediates used in paint, varnish, lacquer, and related products – Method for determination of acidity

HÀ NỘI - 2008

Lời nói đầu

TCVN 7892 : 2008 được xây dựng trên cơ sở chấp nhận hoàn toàn tương đương với *ASTM D1613-06 Test method for acidity in volatile solvents and chemical intermediates used in paint, varnish, lacquer, and related products* với sự cho phép của ASTM quốc tế, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428, USA. Tiêu chuẩn ASTM D 1613-06 thuộc bản quyền của ASTM quốc tế.

TCVN 7892 : 2008 do Tiểu ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC28/SC5 *Nhiên liệu sinh học* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Dung môi dễ bay hơi và hóa chất trung gian dùng cho sơn, vecni, sơn bóng và các sản phẩm liên quan – Phương pháp xác định độ axit

Volatile solvents and chemical intermediates used in paint, varnish, lacquer, and related products – Method for determination of acidity

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định độ axit tổng theo axit acetic với nồng độ dưới 0,05 %, có trong các hợp chất hữu cơ và các hỗn hợp hydrocarbon sử dụng các chất pha loãng, dung môi cho sơn, vecni và sơn bóng. Phương pháp này có thể áp dụng cho các hỗn hợp như rượu no và không no có khối lượng phân tử thấp, keton, ete, este, chất pha loãng hydrocarbon, naphtha, và các phần cất nhẹ của dầu mỏ.

1.2 Sử dụng phương pháp này để xác định sự phù hợp của giá trị quan sát được hoặc giá trị tính được đối với yêu cầu kỹ thuật tương ứng, áp dụng phương pháp ASTM E 29 để làm tròn con số sau cùng bên phải đến đơn vị gần nhất của kết quả khi biểu thị giới hạn chỉ tiêu.

1.3 Các giá trị tính theo hệ SI là giá trị tiêu chuẩn, giá trị ghi trong ngoặc đơn dùng để tham khảo.

1.4 Các thông tin và hướng dẫn liên quan đến các nguy hiểm cụ thể tham khảo các Dữ liệu an toàn vật liệu của nhà cung cấp.

1.5 Tiêu chuẩn này không đề cập đến tất cả các vấn đề liên quan đến an toàn khi sử dụng. Người sử dụng tiêu chuẩn này có trách nhiệm thiết lập các nguyên tắc về an toàn và bảo vệ sức khoẻ cũng như khả năng áp dụng phù hợp với các giới hạn quy định trước khi đưa vào sử dụng.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là cần thiết khi áp dụng tiêu chuẩn. 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 bản sửa đổi (nếu có).

ASTM D 770 Specification for Isopropyl Alcohol (Yêu cầu kỹ thuật đối với rượu isopropylic).

ASTM D 1193 Specification for Reagent Water (Yêu cầu kỹ thuật đối với nước cấp thuốc thử).

TCVN 7892 : 2008

ASTM E 200 Practice for Preparation, Standardization, and Storage of standard and Reagent Solutions for Chemical Analysis (Hướng dẫn chuẩn bị, chuẩn hoá và bảo quản các dung dịch chuẩn và thuốc thử cho các phép phân tích hoá học).

ASTM E 29 Practice for Using Significant Digits in Test Data to Determine Conformance with Specifications (Hướng dẫn sử dụng các con số có nghĩa trong các số liệu thử nghiệm để xác định sự phù hợp với yêu cầu kỹ thuật).

3 Tóm tắt phương pháp

Mẫu được trộn với một lượng nước hoặc một lượng rượu bằng nhau và được chuẩn độ bằng dung dịch natri hydroxit trong nước đến điểm cuối của phenolphthalein.

4 Ý nghĩa và sử dụng

4.1 Áp dụng phương pháp này để xác định độ axit thấp dưới 0,05 % có trong các hợp chất hữu cơ và các hỗn hợp hydrocacbon. Độ axit tổng được tính theo axit acetic hoặc số milligam natri hydroxit trên một gam mẫu.

4.2 Độ axit có thể xuất hiện do sự nhiễm bẩn hoặc sự xuống cấp của sản phẩm trong quá trình bảo quản, phân phối hoặc chế biến. Có thể sử dụng phương pháp này để đánh giá sự phù hợp với yêu cầu kỹ thuật.

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 *Buret*, 10 ml, có các vạch chia 0,05 ml.

5.2 *Bình nón*, dung tích 250 ml.

6 Độ tinh khiết của hoá chất

6.1 Trong toàn bộ các phép thử đều sử dụng các hoá chất cấp thuốc thử. Nếu không có qui định khác thì tất cả các thuốc thử phải phù hợp với các tiêu chuẩn hiện hành. Có thể sử dụng các loại khác, với điều kiện đảm bảo các thuốc thử này có độ tinh khiết phù hợp, khi sử dụng không làm giảm độ chính xác của phép thử.

6.2 Nếu không có các qui định khác thì nước nêu trong tiêu chuẩn này được hiểu là nước cất, phù hợp loại IV qui định trong ASTM D 1193.

7 Thuốc thử

7.1 Rượu – etylic hoặc isopropylic tinh chế.

CHÚ THÍCH 1 Rượu isopropylic (loại 99 %) phù hợp với ASTM D 770, thì có thể sử dụng làm dung môi. Không được sử dụng rượu metylic.

7.2 Dung dịch chỉ thị phenolphthalein (10 g/l) – Hòa tan 1 g phenolphthalein trong rượu etylic hoặc isopropylic (xem Chú thích 1) và dùng rượu pha loãng đến 100 ml.

7.3 Dung dịch tiêu chuẩn natri hydroxit (0,05 N) – Chuẩn bị và chuẩn hóa dung dịch natri hydroxit (NaOH) (Chú thích 2) theo qui định về chuẩn bị và chuẩn hóa dung dịch, độ chụm và độ chệch. Chuẩn bị 50 % của dung dịch NaOH và của dung dịch tiêu chuẩn, chuẩn hóa theo ASTM E 200.

CHÚ THÍCH 2 Có thể sử dụng kali hydroxit.

8 Cách tiến hành

8.1 Nếu mẫu có thể hòa tan hoàn toàn trong nước thì lấy 50 ml nước cho vào bình nón 250 ml. Trong trường hợp ngược lại thì lấy 50 ml rượu.

8.2 Cho 0,5 ml dung dịch chỉ thị phenolphthalein. Chuẩn độ nước hoặc rượu bằng dung dịch NaOH 0,05 N đến khi xuất hiện màu hồng đầu tiên.

8.3 Dùng pipet lấy 50 ml mẫu cho vào bình nón. Chuẩn độ bằng dung dịch NaOH 0,05 N đến khi thấy xuất hiện màu hồng như ban đầu.

CHÚ THÍCH 3 Trong trường hợp môi trường của phòng thử nghiệm giàu CO₂ như etanol chế biến từ ngũ cốc, hàm lượng CO₂ bằng hoặc cao hơn 0,5 %, nếu sử dụng phương pháp này có thể gây ảnh hưởng dương (kết quả cao hơn), khi đó cần chú ý để giảm thiểu sự ảnh hưởng của CO₂.

9 Tính kết quả

Tính độ axit như sau:

$$\text{Độ axit theo axit acetic, \% khối lượng} = (VN \times 0,12)/D \quad (1)$$

Hoặc

$$\text{Độ axit theo mg KOH / g mẫu} = (VN \times 1,12)/D \quad (2)$$

trong đó

- V Dung dịch NaOH cần để chuẩn độ mẫu thử, ml;
- N Nồng độ đương lượng của dung dịch NaOH;
- D Khối lượng riêng của mẫu, g/ml.

10 Báo cáo kết quả

Báo cáo phần trăm axit acetic chính xác đến 0,0001 %. Chấp nhận giá trị trung bình tuyệt đối, nếu kết quả của phép xác định kép đạt trong khoảng 0,0005 % (xác suất 95 %).

11 Độ chụm và độ chệch

11.1 Độ chụm

11.1.1 Áp dụng các nguyên tắc sau để xác định việc chấp nhận các kết quả thử nghiệm tại xác suất 95 %:

11.1.1.1 *Độ lặp lại* – Khoảng trung bình giữa hai kết quả thử mà mỗi kết quả là giá trị trung bình của phép xác định kép, nhận được do cùng một thí nghiệm viên tiến hành ở các ngày khác nhau, phải đạt 0,0003 % giá trị tuyệt đối. Phải xem xét lại hai giá trị này nếu chênh nhau hơn 0,0008 % giá trị tuyệt đối.

11.1.1.2 *Độ tái lập* – Khoảng trung bình giữa hai kết quả thử mà mỗi kết quả là giá trị trung bình của phép xác định kép, nhận được từ các phòng thí nghiệm khác nhau, phải đạt 0,0005 % giá trị tuyệt đối. Phải xem xét lại hai giá trị này nếu chênh nhau hơn 0,0014 % giá trị tuyệt đối.

CHÚ THÍCH 4 Các đánh giá về độ chụm được dựa trên kết quả của chương trình nghiên cứu liên phòng tiến hành trên hai mẫu, mỗi mẫu có chứa n-butyl acetat, n-butyl rượu và metyl etyl keton là 0,0058; 0,0112; 0,0007; 0,0046; 0,0026; và 0,0067 % axit acetic tương ứng. Cả bốn phòng thử nghiệm đều tiến hành phân tích tất cả các mẫu, trong đó mỗi phòng thử nghiệm có hai phân tích viên, tiến hành các phép phân tích đúp, sử dụng dung môi là rượu isopropylic 99 % và etanol loại No. 3A, đồng thời ngày thứ hai thực hiện lặp lại, tổng các phép xác định là 384.

11.2 *Độ chệch* – Chưa xác định được độ chệch của phương pháp này, vì không có sẵn các chất chuẩn với giá trị chuẩn chấp nhận được.