



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
52487—
2005
(ИСО 3251:2003)

Материалы лакокрасочные

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ
НЕЛЕТУЧИХ ВЕЩЕСТВ**

ISO 3251:2003
Paints, varnishes and plastics —
Determination of non-volatile-matter content
(MOD)

Издание официальное

БЗ 12—2005/330



Москва
Стандартинформ
2006

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации — ГОСТ Р 1.0—2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН ООО «Научно-производственная фирма «Спектр-Лакокраска» на основе аутентичного перевода стандарта, указанного в пункте 4, который выполнен ВНИИКИ. Номер регистрации: 957/ISO

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 195 «Материалы лакокрасочные»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 30 декабря 2005 г. № 513-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 3251:2003 «Краски, лаки и пластмассы. Определение содержания нелетучих веществ» (ISO 3251:2003 «Paints, varnishes and plastics — Determination of non-volatile-matter content») в части испытаний лакокрасочных материалов, смол для лакокрасочных материалов и полимерных дисперсий.

Наименование стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2004 (подраздел 3.5).

Фразы, показатели, их значения, включенные в текст настоящего стандарта для учета потребностей национальной экономики Российской Федерации и особенностей российской национальной стандартизации, выделены курсивом

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2006

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Материалы лакокрасочные

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ НЕЛЕТУЧИХ ВЕЩЕСТВ

Paint materials.
Determination of non-volatile-matter mass fraction

Дата введения — 2007—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения *массовой доли* нелетучих веществ в *лакокрасочных материалах, смолах для лакокрасочных материалов* и полимерных дисперсиях.

Примечания

1 *Массовую долю* нелетучих веществ в *лакокрасочном материале, смолах для лакокрасочных материалов* и дисперсий не следует рассматривать как абсолютную величину, поскольку ее численное значение зависит от температуры и времени нагрева при определении. Настоящий метод обеспечивает получение только относительных (не истинных) значений *массовой доли* нелетучих веществ в результате удерживания растворителей, термоинструкции, а также испарения низкомолекулярных компонентов.

Настоящий метод может быть применен к разным партиям одного и того же вида материала.

2 Для определения *массовой доли* нелетучих веществ часто используют сушку с помощью инфракрасных или микроволновых излучений. Стандартизация таких методов невозможна, т. к. во многих случаях их применение недопустимо. Некоторые *пленкообразующие* в таких условиях разлагаются, и поэтому результаты нельзя признать корректными.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8420—74 Материалы лакокрасочные. Методы определения условной вязкости (ИСО 2431—1993 «Краски и лаки. Определение времени истечения с помощью воронки», NEQ)

ГОСТ 9980.2—86 Материалы лакокрасочные. Отбор проб для испытаний (ИСО 1512—74 «Краски и лаки. Отбор проб», MOD; ИСО 1513—80 «Краски и лаки. Контроль и подготовка образцов для испытаний», MOD; ИСО 15528:2000 «Краски, лаки и сырье для них. Отбор проб», NEQ)

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) документом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **нелетучее вещество**: Остаток, полученный после испарения в заданных условиях.

3.2 лакокрасочный материал: Жидкий, пастообразный или порошковый материал, образующий при нанесении на окрашиваемую поверхность лакокрасочное покрытие, обладающее защитными, декоративными или специальными техническими свойствами.

3.3 пленкообразующее вещество: Нелетучая часть лакокрасочной среды, образующая лакокрасочное покрытие.

3.4 лакокрасочная среда: Совокупность компонентов жидкой фазы лакокрасочного материала.

4 Аппаратура

При проведении испытаний применяют:

4.1 Для лакокрасочных материалов и смол для лакокрасочных материалов, а также полимерных дисперсий:

плоскодонную чашку из металла или стекла диаметром (75 ± 5) мм и высотой бортика не менее 5 мм.

Чашки другого диаметра допускается использовать по соглашению между заинтересованными сторонами. Согласованный диаметр чашки должен находиться в пределах отклонений ± 5 %.

П р и м е ч а н и е — Для очень вязких лакокрасочных материалов и полимерных дисперсий рекомендуется использовать прямоугольные пластины размером $(70 \pm 10) \times (120 \pm 10)$ мм, нарезанные из листовой алюминиевой фольги толщиной примерно 0,1 мм, которые можно сложить вдвое, легким усилием распределяя вязкую жидкость по поверхности фольги.

4.2 Для жидких смол, полимеризующихся с образованием поперечных связей:

плоскодонную чашку из металла или стекла внутренним диаметром дна (75 ± 1) мм и высотой бортика не менее 5 мм.

Допускается использовать чашки другого диаметра при условии, что массу пробы для испытаний m , г, рассчитывают по следующей формуле

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

где 3 — номинальная масса пробы для испытаний, г;

d — диаметр дна чашки, мм;

75 — номинальный диаметр чашки, мм.

4.3 Сушильный шкаф должен обеспечивать безаварийное проведение испытаний и поддерживать заданную или согласованную между заинтересованными сторонами температуру (раздел 7) в пределах ± 2 °С (для температур до 150 °С) или $\pm 3,5$ °С (для температур от 150 °С до 200 °С). Сушильный шкаф должен быть снабжен оборудованием для принудительной вентиляции. Исключением является испытание фенольных смол, при котором допускается использовать сушильный шкаф с естественной конвекцией и перфорированной металлической полкой, расположенной на 1/3 высоты внутреннего объема.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ. Во избежание взрыва и пожара с материалами, содержащими горючие летучие соединения, необходимо обращаться с осторожностью и соблюдать правила безопасности.

Для арбитражных испытаний все участвующие стороны должны использовать сушильные шкафы одной и той же конструкции.

4.4 Весы аналитические с точностью взвешивания до 0,1 мг.

4.5 Эксикатор с соответствующим осушителем, например сухой силикагель.

5 Отбор проб

Отбирают среднюю пробу лакокрасочного материала или смолы для лакокрасочного материала по ГОСТ 9980.2.

Проверяют и подготавливают пробы для испытаний по ГОСТ 9980.2.

Отбирают среднюю пробу полимерной дисперсии в соответствии с ИСО 123 [1].

6 Проведение испытаний

Проводят два параллельных испытания.

Обезжиривают и очищают чашку (4.1 или 4.2).

Для повышения сходимости результатов рекомендуется высушить чашку в сушильном шкафу (4.3) при заданной или согласованной температуре в течение заданного или согласованного времени (раздел 7) и хранить ее в эксикаторе (4.5) до использования.

Определяют массу чистой сухой чашки m_0 с точностью до 1 мг. Взвешивают пробу для испытаний (раздел 7) с точностью до 1 мг в чашке (m_1) и равномерно распределяют ее по дну.

Работая с высоковязкими лакокрасочными материалами или смолами для них (вязкость ≥ 500 мПа · с при скорости сдвига 100 с^{-1} или время истечения t_{74} с в 6-мм воронке по ГОСТ 8420) или материалами, быстро образующими поверхностную пленку, равномерно распределяют пробу для испытаний по дну чашки, используя тарированную металлическую проволоку (например согнутую скрепку для бумаг без покрытия). В случае необходимости допускается добавление 2 мл подходящего растворителя.

Для испытания конденсационных смол, используемых для получения лакокрасочных материалов, требуется проба для испытаний большей массы, поскольку такие материалы должны испытываться в слоях большей толщины, для того чтобы мономеры этих смол смогли прореагировать с образованием поперечных связей. При проведении сравнительных испытаний толщина слоя пробы для испытаний в чашке должна быть одинаковой. Поэтому диаметр чашки должен быть (75 ± 1) мм, при использовании чашки другого диаметра следует учитывать требования 4.2.

П р и м е ч а н и е — Массовая доля нелетучих веществ в пробе для испытаний может колебаться в широком диапазоне значений в зависимости от равномерности и продолжительности ее распределения по дну чашки. Если распределение было выполнено неправильно, например, из-за высокой вязкости, полученный результат будет выше истинного значения.

Для повышения сходимости результатов испытания лакокрасочных материалов и смол для лакокрасочных материалов рекомендуется добавлять по 2 мл подходящего растворителя с высокой степенью летучести.

Также рекомендуется закрывать чашку во время взвешивания.

При работе с лакокрасочными материалами и смолами для лакокрасочных материалов, обладающих высокой степенью летучести, рекомендуется тщательно перемешанную пробу поместить в колбу с притертой пробкой или мерную пипетку, или шприц без иглы вместимостью 10 мл и взвесить. Отбирают пробу для испытаний в чашку и равномерно распределяют ее по дну чашки. Массу пробы для испытания определяют по разности взвешиваний с точностью до 1 мг колбы, пипетки или шприца до и после отбора пробы для испытания в чашку.

Если добавляют растворитель, рекомендуется чашку с пробой для испытаний выдержать при комнатной температуре 10—15 мин.

Водно-дисперсионные системы, такие как полимерные дисперсии, разбрызгиваются при нагревании из-за образования поверхностной пленки, на этот процесс могут также влиять такие факторы, как температура, поток воздуха в сушильном шкафу и, возможно, относительная влажность. Поэтому необходимо следить, чтобы слой материала в чашке был максимально тонким.

После взвешивания и добавления растворителя помещают чашку в сушильный шкаф, предварительно нагретый до заданной или согласованной температуры (раздел 7). Выдерживают чашку в шкафу в течение заданного или согласованного времени нагрева (раздел 7).

После окончания времени нагрева чашку переносят в эксикатор и охлаждают до комнатной температуры. Допускается охлаждать чашку в помещении, в котором воздух очищен от пыли.

П р и м е ч а н и е — На сходимость метода может влиять отказ от использования эксикатора.

Взвешивают чашку с остатком (m_2) с точностью до 1 мг.

7 Дополнительные условия испытания

В некоторых случаях при применении метода по настоящему стандарту может потребоваться дополнительная информация.

Для повышения результатов при использовании настоящего метода следует определить следующие условия испытания (см. таблицы 1 и 2):

- а) температуру испытания;
- б) время нагрева;
- с) массу пробы для испытаний.

Т а б л и ц а 1 — Условия испытания лакокрасочных материалов и смол для лакокрасочных материалов

Время нагрева, мин	Температура, °С	Масса пробы для испытаний, г	Пример лакокрасочного материала и смол для них
60	80	$1,0 \pm 0,1^a)$	Нитрат целлюлозы, лаковые коллоксилины, полиизоцианатные смолы ^{b)}
60	105	$1,0 \pm 0,1^a)$	Производные целлюлозы, целлюлозные лакокрасочные материалы (ацетилцеллюлозные, ацетобутиратцеллюлозные, нитроцеллюлозные). Лакокрасочные материалы воздушной сушки (перхлорвиниловые, поливинилацетальные, каучуковые, алкидно-акриловые, полиакриловые, сополимерно-винилхлоридные, поливинилацетатные, водно-дисперсионные и др.). Полиизоцианатные смолы ^{b)}
60	125	$1,0 \pm 0,1^a)$	Синтетические смолы (включая полиизоцианатные смолы ^{b)}). Лакокрасочные материалы горячей сушки (эпоксидные, меламиновые, алкидно- и масляно-стирольные). Акриловые смолы (предпочтительные условия)
60	150	$1,0 \pm 0,1^a)$	Грунтовки, шпатлевки горячей сушки, кремнийорганические лакокрасочные материалы, акриловые смолы
30	180	$1,0 \pm 0,1^a)$	Электроосаждаемые лакокрасочные материалы
60	135 ^{c)}	$3,0 \pm 0,5$	Жидкие фенольные смолы
60	135 ^{c)}	$1,0 \pm 0,1^a)$	Лакокрасочные материалы (фенольные, битумные, канифольные, полиэфирные, карбамидные, полиуретановые, масляные, нефтеполимерные, алкидные)

а) Пробу для испытаний другой массы, отличной от 1 г, можно использовать по соглашению между заинтересованными сторонами. В этом случае рекомендуется использовать пробы для испытаний массой не более $(2 \pm 0,2)$ г. При испытании смол, содержащих растворители с температурой кипения от 160 °С до 200 °С, температуру в сушильном шкафу рекомендуется поддерживать на уровне 160 °С. Об условиях испытаний материалов, содержащих растворители с более высокой температурой кипения, стороны должны договориться особо.

б) Условия испытания будут зависеть от конкретной полиизоцианатной смолы.

с) Можно использовать другой температурный режим. Рекомендуемые альтернативные температуры — 120 °С и 150 °С.

Т а б л и ц а 2 — Условия испытаний полимерных дисперсий

Время нагрева, мин	Температура, °С	Масса пробы для испытаний, г	Метод ^{a)}
120	80	$1 \pm 0,2^b)$	А
60	105	$1 \pm 0,2^b)$	В
60	125	$1 \pm 0,2^b)$	С
30	140	$1 \pm 0,2^b)$	Д

а) Условия испытания будут определяться типом полимерной дисперсии и должны быть предметом соглашения между заинтересованными сторонами.

б) По соглашению между заинтересованными сторонами можно использовать пробы для испытаний массой, отличной от 1 г. Однако масса пробы для испытаний не должна превышать 2,5 г.

Также могут использоваться пробы для испытаний массой 0,2—0,4 г, взвешенные с точностью до 0,1 мг. В этом случае время нагрева может быть уменьшено, если установлено (путем проведения испытаний того же типа дисперсии), что получены те же результаты, что и при условиях, указанных в настоящей таблице.

8 Обработка результатов

Рассчитывают *массовую долю* нелетучих веществ NV , %, используя следующую формулу

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

где m_2 — масса чашки с остатком, г;

m_0 — масса пустой чашки, г;

m_1 — масса чашки с пробой для испытаний, г.

Если результаты двух параллельных испытаний отличаются друг от друга более чем на 2 % (относительно среднего значения) для *лакокрасочного материала или для смолы* или более чем на 0,5 % для полимерных дисперсий, т. е. если полученные результаты составляют 53,7 % и 53,1 %, испытания повторяют по разделу 6.

Рассчитывают среднее значение двух достоверных результатов параллельных испытаний и записывают в протоколе результат с точностью до 0,1 %.

9 Прецизионность

9.1 Предел повторяемости результатов r

Предел повторяемости результатов r — это значение, ниже которого будет находиться абсолютное значение разности между результатами двух отдельных испытаний, каждый из которых является средним значением результатов двух параллельных испытаний, выполненных на идентичном материале одним оператором в одной лаборатории в течение короткого периода времени по одному стандартизованному методу.

В настоящем стандарте значение r составляет:

2 % (от среднего значения двух результатов испытаний) — для *лакокрасочных материалов и смол* для них;

0,6 % (от среднего значения двух результатов испытаний) — для полимерных дисперсий, с вероятностью 95 %.

9.2 Предел воспроизводимости результатов R

Предел воспроизводимости результатов R — это значение, ниже которого предположительно будет находиться абсолютное значение разности между результатами двух испытаний, каждый из которых является средним значением результатов двух параллельных испытаний, полученных на идентичном материале операторами в различных лабораториях по одному стандартизованному методу.

В настоящем стандарте значение R составляет:

4 % (от среднего значения двух результатов испытаний) — для *лакокрасочных материалов и смол* для них;

1 % (от среднего значения двух результатов испытаний) — для полимерных дисперсий, с вероятностью 95 %.

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующие данные:

- a) ссылку на настоящий стандарт;
- b) информацию, необходимую для полной идентификации испытуемого материала (наименование изготовителя, торговая марка, номер партии и т. д.);
- c) тип использованной чашки;
- d) тип использованного сушильного шкафа;
- e) температуру внутри шкафа и время нагрева;
- f) тип добавленного растворителя (при использовании);
- g) результат испытания (по разделу 8);
- h) любое отклонение от заданного метода испытаний;
- i) дату проведения испытания.

Библиография

[1] ISO 123:2001 Rubber latex — Sampling

УДК 667.64.001.4:006.354

ОКС 87.040

Л19

ОКСТУ 2309

Ключевые слова: лакокрасочные материалы, массовая доля нелетучих веществ, смолы для лакокрасочных материалов, полимерные дисперсии

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 20.02.2006. Подписано в печать 04.04.2006. Формат 60 × 84 $\frac{1}{8}$. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 344 экз. Зак. 153. С 2561.

ФГУП «Стандартинформ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Набрано во ФГУП «Стандартинформ» на ПЭВМ.

Отпечатано в филиале ФГУП «Стандартинформ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.