ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

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

gost.e-ecolog.ru

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

к ГОСТ Р 52487—2005 (ИСО 3251:2003) Материалы лакокрасочные. Определение массовой доли нелетучих веществ

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Раздел 1. Примечание 1. Первый абзац	термоинструкции	термодеструкции

(ИУС № 1 2007 г.)

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

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.

Издание официальное

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 %.

Примечание — Для очень вязких *лакокрасочных материалов* и полимерных дисперсий рекомендуется использовать прямоугольные пластины размером (70 ± 10) × (120 ± 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 ± 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 $\geq$ 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.

Примечание — *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.

Примечание — 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):

a) температуру испытания;
b) время нагрева;
c) массу пробы для испытаний.

Таблица 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 ± 0,1[a]	Нитрат целлюлозы, *лаковые коллоксилины*, полиизоцианатные смолы[b]
60	105	1,0 ± 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 ± 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 ± 0,1[a]	Грунтовки, *шпатлевки* горячей сушки, *кремнийорганические лакокрасочные материалы*, акриловые смолы
30	180	1,0 ± 0,1[a]	Электроосаждаемые *лакокрасочные материалы*
60	135[c]	3,0± 0,5	Жидкие фенольные смолы
60	*135* [c]	*1,0 ± 0,1*[a]	*Лакокрасочные материалы (фенольные, битумные, канифольные, полиэфирные, карбамидные, полиуретановые, масляные, нефтеполимерные, алкидные*)

[a] 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 ± 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.

[b] Условия испытания будут зависеть от конкретной полиизоцианатной смолы.

[c] Можно использовать другой температурный режим. Рекомендуемые альтернативные температуры — 120 °С и 150 °С.

Таблица 2 — Условия испытаний полимерных дисперсий

Время нагрева, мин	Температура, °С	Масса пробы для испытаний, г	Метод[a]
120	80	1 ± 0,2[b]	A
60	105	1 ± 0,2[b]	B
60	125	1 ± 0,2[b]	C
30	140	1 ± 0,2[b]	D

[a] Условия испытания будут определяться типом полимерной дисперсии и должны быть предметом соглашения между заинтересованными сторонами.

[b] 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 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.

к ГОСТ Р 52487—2005 (ИСО 3251:2003) Материалы лакокрасочные. Определение массовой доли нелетучих веществ

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Раздел 1. Примечание 1. Первый абзац	термоинструкции	термодеструкции

(ИУС № 1 2007 г.)

gost.e-ecolog.ru