МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31939— 2022

МАТЕРИАЛЫ ЛАКОКРАСОЧНЫЕ

Определение массовой доли нелетучих веществ

(ISO 3251:2019, NEQ)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2024

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Ассоциацией «Производителей, поставщиков и потребителей лакокрасочных материалов и сырья для их производства «Центрлак»

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 195 «Материалы и покрытия лакокрасочные»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 16 мая 2022 г. № 151-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

(Поправка)

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 14 июля 2022 г. № 628-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31939—2022 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 марта 2023 г.

5 Настоящий стандарт соответствует международному стандарту ISO 3251:2019 «Материалы лакокрасочные и пластмассы. Определение содержания нелетучего вещества» («Paints, varnishes and plastics — Determination of non-volatile-matter content», NEQ) в части требований к лакокрасочным материалам, смолам и полимерным дисперсиям для лакокрасочных материалов.

6 ВЗАМЕН ГОСТ 31939—2012

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Март 2023 г.

8 ИЗДАНИЕ (июнь 2024 г.) с Поправкой (ИУС № 9 2023 г.)

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2022, 2023, 2024

В Российской Федерации 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

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

МАТЕРИАЛЫ ЛАКОКРАСОЧНЫЕ

Определение массовой доли нелетучих веществ

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

Дата введения — 2023—03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения массовой доли нелетучих веществ в лакокрасочных материалах (далее — ЛКМ), смолах и полимерных дисперсиях для ЛКМ.

Примечания

1 Массовую долю нелетучих веществ в ЛКМ, смолах и полимерных дисперсиях для ЛКМ не следует рассматривать как абсолютное значение, поскольку ее числовое значение зависит от температуры и времени испытания в сушильном шкафу. Настоящий метод обеспечивает получение только относительных (не истинных) значений массовой доли нелетучих веществ из-за удерживания растворителей, термодеструкции, а также испарения низкомолекулярных компонентов. Из этого следует, что настоящий метод в первую очередь предназначен для разных партий одного и того же материала.

2 При определении массовой доли нелетучих веществ часто применяют воздействие инфракрасных или микроволновых излучений. Во многих случаях их применение недопустимо, т. к. некоторые смолы для ЛКМ в таких условиях разлагаются и полученные результаты нельзя признать корректными.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8420 Материалы лакокрасочные. Методы определения условной вязкости

ГОСТ 9980.2 (ISO 1513:2010, ISO 15528:2013) Материалы лакокрасочные и сырье для них. Отбор проб, контроль и подготовка образцов для испытаний

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. 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 применен следующий термин с соответствующим определением:

Издание официальное

3.1

нелетучее вещество лакокрасочного материала: Масса остатка, получаемого после испарения летучих компонентов лакокрасочного материала в определенных условиях испытания.

[ГОСТ 28246—2017, статья 5]

4 Аппаратура

4.1 Для определения массовой доли нелетучих веществ применяют обычное лабораторное оборудование и стеклянную посуду.

4.2 Для ЛКМ, смол и полимерных дисперсий для ЛКМ применяют плоскодонные чашки из металла или стекла с внутренним диаметром основания (75 ± 5) мм и высотой бортика не менее 5 мм.

Допускается применять чашки другого диаметра по согласованию между заинтересованными сторонами. Допустимые отклонения от согласованного диаметра чашки — ±5 %.

Примечание — Для очень вязких ЛКМ и полимерных дисперсий рекомендуется использовать прямоугольные пластины размером (70 ± 10) × (120 ± 10) мм, нарезанные из листовой алюминиевой фольги толщиной около 0,1 мм, которые можно сложить вдвое, легким усилием распределяя вязкую жидкость по поверхности фольги.

4.3 Для жидких смол, полимеризующихся с образованием поперечных связей, например, фенольных, применяют плоскодонные чашки из металла или стекла с внутренним диаметром (75 ± 1) мм и высотой бортика не менее 5 мм для проб массой 3 г.

Для получения слоя пробы одинаковой толщины допускается использовать чашки другого диаметра при условии, что массу пробы с чашкой для испытаний m_1, в граммах, рассчитывают по формуле

$$m_1 = 3 \cdot \left(\frac{d}{75}\right)^2, \quad (1)$$

где 3 — номинальная масса пробы для испытаний, г;

d — диаметр дна чашки, мм;

75 — номинальный диаметр дна чашки, мм.

4.4 Сушильный шкаф должен обеспечивать проведение испытаний и поддерживать заданную или согласованную между заинтересованными сторонами температуру с точностью ±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 вентиляцией и перфорированной металлической полкой, расположенной на 1/3 высоты данного шкафа.

Примечание — Во избежание взрыва и пожара при проведении испытаний ЛКМ, содержащих горючие летучие соединения, необходимо соблюдать правила пожарной безопасности.

При проведении арбитражных испытаний всем участникам необходимо использовать сушильные шкафы одного и того же типа.

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

4.6 Эксикатор с соответствующим осушителем, например, сухой силикагель.

4.7 Устройство для определения времени (секундомер) с погрешностью измерения ±0,6 с.

5 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ 9980.2.

Контроль и подготовка каждой пробы для испытания — по ГОСТ 9980.2.

6 Проведение испытания

6.1 Проводят два параллельных определения.

6.2 Чашку для испытания по 4.2 или 4.3 очищают и обезжиривают.

Для повышения сходимости результатов рекомендуется выдержать чашку в сушильном шкафу при заданной или установленной по согласованию температуре в течение заданного или согласованного времени и хранить ее в эксикаторе до использования.

6.3 Определяют массу пустой чашки m_0, с точностью до 1 мг.

В чашке взвешивают пробу для испытания с точностью до 1 мг (m_1) и равномерно распределяют ее по дну чашки.

6.3.1 При работе с высоковязкими ЛКМ или смолами для ЛКМ (с динамической вязкостью не менее 500 мПа·с при скорости сдвига 100 $с^{-1}$ или временем истечения более 74 с по вискозиметру типа ВЗ-246 с диаметром сопла 6 мм по ГОСТ 8420) или материалами, быстро образующими поверхностную пленку, пробу для испытания допускается распределять по дну чашки, используя металлическую проволоку, например, согнутую скрепку для бумаг без покрытия. При необходимости допускается добавление 2 $см^3$ подходящего растворителя.

6.3.2 При испытании конденсационных смол, используемых для получения ЛКМ, требуется проба большей массы. Такие материалы следует подвергать испытанию при слое пробы большей толщины, для того чтобы мономеры этих смол могли прореагировать с образованием поперечных связей.

При проведении испытаний разных партий одного и того же материала масса пробы и ее толщина должны быть одинаковыми. Диаметр чашки — (75 ± 1) мм. При использовании чашки другого диаметра следует учитывать требования 4.3.

Примечание — На достоверность результатов испытания влияет равномерность распределения пробы по дну чашки.

Если проба распределена неравномерно, например, из-за высокой вязкости, полученный результат будет больше истинного значения.

Для повышения точности результатов испытания ЛКМ и смол для ЛКМ рекомендуется добавлять 2 $см^3$ подходящего легколетучего растворителя.

Во время взвешивания чашку с пробой рекомендуется закрывать.

6.3.3 Перед испытанием ЛКМ, смолы и полимерные дисперсии для ЛКМ, которые обладают высокой степенью летучести, следует тщательно перемешать. Необходимое количество материала отбирают в колбу с притертой пробкой или мерную пипетку, или шприц без иглы вместимостью 10 $см^3$ и взвешивают. Затем пробу для испытания помещают в чашку и равномерно распределяют по дну чашки. Массу пробы определяют с точностью до 1 мг по разности взвешивания колбы или пипетки, или шприца до и после отбора пробы в чашку.

При добавлении растворителя рекомендуется чашку с пробой выдержать при комнатной температуре в течение от 10 до 15 мин.

6.3.4 Водно-дисперсионные ЛКМ и полимерные дисперсии могут разбрызгиваться при нагревании из-за образования поверхностной пленки. На этот процесс влияют температура и поток воздуха в сушильном шкафу, а также относительная влажность воздуха. Для исключения этого влияния необходимо, чтобы толщина слоя материала в чашке была минимальной.

6.3.5 После взвешивания и добавления растворителя чашку с пробой помещают в сушильный шкаф, предварительно нагретый до заданной или согласованной температуры. Отсчет времени испытания начинают с момента достижения заданной температуры (повторное установление температуры после открытия дверцы шкафа для помещения внутрь чашки с пробой). Чашку выдерживают в шкафу в течение заданного или установленного по согласованию времени испытания.

По истечении времени испытания в сушильном шкафу чашку переносят в эксикатор и охлаждают до комнатной температуры. Допускается охлаждать чашку в помещении, в котором воздух очищен от пыли.

Примечание — Отказ от использования эксикатора может повлиять на точность определения.

Чашку с пробой после испытания (m_2) взвешивают с точностью до 1 мг.

7 Дополнительные условия испытания

Для повышения точности результатов испытания при использовании данного метода в нормативно-техническом документе на ЛКМ, смолы или полимерные дисперсии для ЛКМ следует привести дополнительные условия проведения испытания:

а) температуру и время испытания в сушильном шкафу;
б) массу пробы для испытания;
в) наименование добавленного растворителя (при его использовании).
Условия испытаний для ЛКМ, смол и полимерных дисперсий для ЛКМ приведены в приложении А.

8 Обработка результатов испытания

Массовую долю нелетучих веществ *NV*, %, вычисляют по формуле

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

где m_0 — масса пустой чашки, г;
m_1 — масса чашки с пробой до испытания, г;
m_2 — масса чашки с пробой после испытания, г.

Если результаты двух параллельных определений отличаются более чем на 2,0 % относительно среднего значения для ЛКМ и смол или более чем на 0,5 % для полимерных дисперсий, т. е. если полученные результаты составляют 53,7 % и 53,1 % соответственно, то испытание повторяют.

Рассчитывают среднее арифметическое значение массовой доли нелетучих веществ двух достоверных результатов параллельных определений и записывают в протоколе результат с точностью до 0,1 %.

9 Прецизионность

9.1 Предел повторяемости *r*

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

В настоящем стандарте значение *r* с вероятностью 95,0 % составляет:
- 2,0 % (от абсолютного значения) — для ЛКМ и смол для них;
- 1,2 % (от абсолютного значения) — для полимерных дисперсий.

9.2 Предел воспроизводимости *R*

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

В настоящем стандарте значение *R* с вероятностью 95 % составляет:
- 4 % (от абсолютного значения) — для ЛКМ и смол для них;
- 2 % (от абсолютного значения) — для полимерных дисперсий.

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:
а) ссылку на настоящий стандарт;
б) информацию, необходимую для полной идентификации испытуемого материала (наименование материала, наименование изготовителя, номер партии и т. д.);
в) условия проведения испытания (температура и влажность воздуха);
г) тип использованной чашки;

д) тип использованного сушильного шкафа;
е) температуру и время испытания в сушильном шкафу;
е) наименование добавленного растворителя (при его использовании);
ж) результат определения;
з) любое отклонение от данного метода испытания;
к) дату проведения испытания.

Приложение А
(справочное)

Условия испытаний лакокрасочных материалов, смол и полимерных дисперсий для лакокрасочных материалов

Таблица А.1 — Условия испытаний ЛКМ и смол для ЛКМ

Время испытания, мин	Температура, °С	Масса пробы для испытания, г	Примеры лакокрасочных материалов и смол для лакокрасочных материалов
60	80	1,0 ± 0,1[1)]	Нитрат целлюлозы, лаковые коллоксилины, полиизоцианатные смолы[2)]
60	105	1,0 ± 0,1[1)]	Производные целлюлозы, целлюлозные ЛКМ (ацетилцеллюлозные, ацетобутиратцеллюлозные, нитроцеллюлозные). ЛКМ воздушной сушки (перхлорвиниловые, поливинилацетатные, каучуковые, алкидно-акриловые, полиакриловые, сополимерно-винилхлоридные, водно-дисперсионные и др.). Полиизоцианатные смолы[2)]
60	125	1,0 ± 0,1[1)]	Синтетические смолы (включая полиизоцианатные смолы[2)]). ЛКМ горячей сушки (эпоксидные, меламиновые, алкидно- и масляно-стирольные). Акриловые смолы (предпочтительные условия)
60	150	1,0 ± 0,1[1)]	Грунтовки, шпатлевки горячей сушки, кремнийорганические ЛКМ, акриловые смолы
30	180	1,0 ± 0,1[1)]	Электроосаждаемые ЛКМ
120	80	1,0 ± 0,1[1)]	Реакционно-способные лакокрасочные системы, например, ЛКМ для авторемонтной окраски автомобилей
120	130	1,0 ± 0,1[1)]	ЛКМ водоразбавляемые
60	135[3)]	3,0 ± 0,5	Жидкие фенольные смолы
60	135[3)]	1,0 ± 0,1[1)]	Фенольные, битумные, канифольные, полиэфирные, карбамидные, полиуретановые, масляные, нефтеполимерные и алкидные ЛКМ
20	200	1,0 ± 0,1[1)]	Порошковые смолы

[1)] По согласованию между заинтересованными сторонами допускается использовать пробу испытуемого материала другой массы, отличной от 1 г. В этом случае рекомендуется использовать пробу массой не более (2,0 ± 0,2) г.

При испытании смол, содержащих растворители с температурой кипения от 160 °С до 200 °С, температуру в сушильном шкафу следует поддерживать на уровне 160 °С. Условия испытаний материалов, содержащих растворители с более высокой температурой кипения, должны быть согласованы между заинтересованными сторонами.

Для ЛКМ с низким содержанием нелетучих веществ (30 % и менее) масса пробы должна быть такой, чтобы после выдержки пробы в режиме масса сухого остатка в чашке составляла не менее 0,5 г.

При отсутствии в нормативно-техническом документе на материал условий испытаний допускается использовать следующий режим: проба массой (2,0 ± 0,2) г, температура сушки 105 °С, время выдержки 180 мин.

[2)] Условия испытаний в сушильном шкафу зависят от конкретной полиизоцианатной смолы.

[3)] По согласованию между заинтересованными сторонами допускается применять другую температуру испытаний. Рекомендуемые температуры: 120 °С и 150 °С.

Таблица А.2 — Условия испытаний полимерных дисперсий

Время испытания, мин	Температура, °С	Масса пробы для испытания, г
120	80	1,0 ± 0,2[1)]
60	105	1,0 ± 0,2[1)]
60	125	1,0 ± 0,2[1)]
30	140	1,0 ± 0,2[1)]

[1)] По согласованию между заинтересованными сторонами допускается использовать пробу испытуемого материала другой массы, отличной от 1 г. В этом случае рекомендуется использовать пробу массой не более (2,5 ± 0,2) г.

Допускается использовать пробу массой от 0,2 до 0,4 г, взвешенную с точностью до 0,1 мг. В этом случае время испытания может быть уменьшено, если установлено (путем проведения испытаний дисперсий того же типа), что были получены аналогичные результаты при условиях, приведенных в данной таблице.

УДК 667.64.001.4:006.354 МКС 87.040

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

Редактор *Д.А. Кожемяк*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Подписано в печать 13.06.2024. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,18. Тираж 17 экз. Зак. 388.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано в ФГБУ «Институт стандартизации», 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Поправка к ГОСТ 31939—2022 Материалы лакокрасочные. Определение массовой доли нелетучих веществ

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Предисловие. Таблица согласования	—	Азербайджан | AZ | Азстандарт

(ИУС № 9 2023 г.)

gost.e-ecolog.ru