

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

**ISO
4625-2**

Первое издание
2004-08-15

**Вещества пленкообразующие для
красок и лаков. Определение
температуры размягчения.**

Часть 2.

Метод чашки и шара

Binders for paints and varnishes - Determination of softening point -

Part 2: Cup-and-ball method

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71876d87-b7f8-4790-97b2-5e44343b5e68/iso-4625-2-2004>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 4625-2:2004(R)

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe - торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4625-2:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f896d87-b7f8-4790-97b2-5e44343b5e68/iso-4625-2-2004>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2004

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	1
4 Принцип	1
5 Аппаратура.....	2
6 Калибровка аппарата по первичному эталону	3
7 Проверка измерительного прибора аппарата по вторичному эталону	3
8 Заполнение чашек смолой.....	4
9 Проведение испытания	5
10 Обработка результатов	5
11 Прецизионность и систематическая ошибка	6
12 Протокол испытания.....	6

(standards.iteh.ai)

ISO 4625-2:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f896d87-b7f8-4790-97b2-5e44343b5e68/iso-4625-2-2004>

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член ISO, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO непосредственно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам электротехнической стандартизации.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основной задачей технических комитетов является разработка международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 4625-1 разработан Техническим комитетом ISO/TC 35, *Краски и лаки*, Подкомитетом SC 10, *Методы испытаний пленкообразующих веществ для красок и лаков*, в сотрудничестве с ASTM D01.34, *Шкиперское имущество*. Он был гармонизирован со стандартом ASTM D 6090-99, *Стандартный метод определения температуры размягчения смол (Метод чашки и шара Меттлера)*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f896d87-b7f8-4790-97b2->

ISO 4625 состоит из следующих частей под общим названием *Вещества пленкообразующие для красок и лаков. Определение температуры размягчения*:

- *Часть 1. Метод кольца и шара*
- *Часть 2. Метод чашки и шара*

Вещества пленкообразующие для красок и лаков. Определение температуры размягчения.

Часть 2.

Метод чашки и шара

1 Область применения

Настоящая часть ISO 4625 устанавливает метод определения температуры размягчения смол (включая канифоль) на аппарате «чашка-шар» и в условиях, определенным пользователем, может давать результаты, сравнимые с результатами, полученными методом кольца и шара (ISO 4625-1).

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 4625-1, *Вещества пленкообразующие для красок и лаков. Определение температуры размягчения. Часть 1. Метод кольца и шара*

ISO 5725-1, *Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения*

3 Термины и определения

Применительно к настоящему документу используются следующие термины и определения.

3.1

температура размягчения **softening point**

температура, при которой проба для испытания, находящаяся в цилиндрической чашке с отверстием на дне диаметром 6,35 мм, на верхней поверхности которой отцентрирован шар из нержавеющей стали диаметром 8,7 мм, выдавливается вниз в результате нагрева пробы с постоянной скоростью в воздухе на расстояние 19 мм, чтобы прервать световой луч

4 Принцип

Обычно для материалов, упомянутых в Разделе 1, размягчение не происходит при определенной температуре. При повышении температуры они постепенно изменяются от хрупких или очень вязких материалов и материалов с низкой текучестью до более пластичных и менее вязких жидкостей. Поэтому для получения сравнимых результатов определение температуры размягчения должно проводиться заданным, четко определенным методом.

Проба для испытания, наверху которой расположен шар, размещается в чашке и нагревается с заданной скоростью. Размягченная проба для испытания выдавливается вниз под действием веса шара. Температуру, при которой проба для испытания прогибается на 19 мм, называют температурой размягчения.

5 Аппаратура

5.1 Аппарат для определения температуры размягчения¹⁾, состоящий из блока управления с цифровым термоиндикатором, соответствующей измерительной ячейки, патрона в сборе (чашка и ее верхняя часть) и принадлежностей. Блок управления автоматически регулирует скорость нагрева измерительной ячейки. Температура размягчения определяется при считывании, программу нагрева приостанавливают в тот момент, когда поток пробы для испытания инициирует датчик фотозлемента. Дальнейшие подробности приводятся в 5.1.1 – 5.1.4.

5.1.1 Центральный процессор, способный регулировать скорость нагрева, обеспечивающую непрерывное линейное повышение температуры от 25 °C до 375 °C.

5.1.2 Измерительная ячейка, способная нагревать чашку в сборе (5.1.3) с постоянной скоростью с точностью $\pm 0,2$ °C/мин. Она должна включать систему считывания, способную различать температуру размягчения с точностью до 0,1 °C.

5.1.3 Чашка в сборе, изготовленная из хромированной латуни и состоящая из самой чашки и ее верхней части, с размерами, соответствующими приведенным на Рисунке 1.

5.1.4 Шар, изготовленный из нержавеющей стали, диаметром 8,7 мм и массой $(2,77 \pm 0,22)$ г.

Размеры в миллиметрах

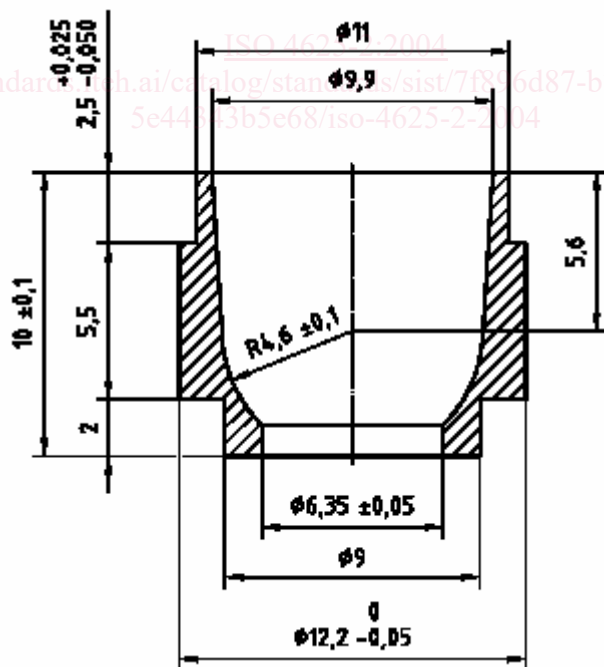


Рисунок 1 — Чашка

¹⁾ Пригодный аппарат имеется в продаже. О подробностях можно узнать в Секретариате Технического комитета ISO/TC 35/SC 10.

6 Калибровка аппарата по первичному эталону

6.1 Общие положения

Этот этап, который необходимо выполнять время от времени, проводится, чтобы удостовериться, что температура, показываемая измерительным прибором, соответствует известному эталону. Вместо чашки, установленной для испытания смолы, используется специальная чашка с отверстием на дне диаметром 2,8 мм.

ПРИМЕЧАНИЕ Шар из нержавеющей стали не используется при калибровке.

6.2 Реактив

Для калибровки используется бензойная кислота либо аналитического качества, либо качества первичного эталона. Поскольку это вещество гигроскопично, хранят его в плотно закрытом контейнере и заменяют свежим реактивом из заново открытой поставки, если его температура размягчения выходит за ожидаемый интервал.

6.3 Испытание

6.3.1 Заполнение чашки

Помещают чашку на чистую, плоскую поверхность и наполняют ее кристаллами бензойной кислоты. Вручную запрессовывают материал в чашку с помощью прутка диаметром 9,2 мм или эквивалентного устройства. Снова наполняют и повторно прессуют до тех пор, пока чашка не заполнится бензойной кислотой. Удаляют кристаллы с наружной стороны чашки.

6.3.2 Нагрев

Подвергают измерительную ячейку предварительному нагреву до температуры 121 °C и выдерживают ее при этой температуре. Располагают в измерительной ячейке патрон в сборе, содержащий бензойную кислоту, соблюдая меры предосторожности, чтобы щели для светового луча находились в заданном положении. После установки измерительного прибора в режим определения температуры каплепадения начинают выполнение требуемого метода, который включает время ожидания 30 с для достижения температурного равновесия между измерительной ячейкой и бензойной кислотой и последующее автоматическое линейное повышение температуры со скоростью 0,2 °C/мин. Температура будет монотонно возрастать с заданной скоростью до тех пор, пока не будет достигнута температура каплепадения, после чего она остается постоянной при считывании.

6.3.3 Очистка

Немедленно удаляют патрон в сборе. Проверяют, чтобы бензойная кислота прошла через световой луч и предварительного запуска не произошло. Если предполагается неправильное срабатывание, повторяют измерение полностью. Тщательно проверяют аппарат, чтобы удостовериться, что в нем не осталось какого-либо остатка. Промывают детали патрона соответствующим растворителем для удаления последних следов остатка.

6.3.4 Интерпретация

Если результат не равен $(123,5 \pm 0,5)$ °C, повторяют определение. Если второе значение остается вне допустимого диапазона, повторяют определение на чашке со свежезаполненной бензойной кислотой. Если результаты остаются вне допустимого диапазона, измерительный прибор требует повторной калибровки или ремонта. Обращаются к инструкциям изготовителя.

7 Проверка измерительного прибора аппарата по вторичному эталону

Температура каплепадения бензойной кислоты в качестве первичного эталона для калибровки может не соответствовать аналогичной температуре размягчения смолы, подлежащей испытанию. В таких случаях желательно калибровать измерительный прибор с помощью вторичного эталона с температурой каплепадения, близкой к температуре размягчения испытываемой смолы. Перечень материалов, пригодных для использования в качестве вторичных эталонов, приводится в Таблице 1,

но не ограничивается ими. Демонстрация соответствия температуре каплепадения бензойной кислоты должна быть завершена до использования вторичного эталона.

Таблица 1 — Материалы, пригодные в качестве вторичных эталонов для определения температуры размягчения методом чашки и шара

Приблизительная температура каплепадения, °C	Материал
60	Стеариловый спирт
80	Дифенилкарбонат
100	Феноксиуксусная кислота 4- <i>трет.</i> -Бутилфенол Метилмочевина
110	<i>м</i> -Толуиловая кислота Резорцин
120	Бензойная кислота
130	Метил-4-оксибензоат Мочевина Бензамид 1,10-Декандикарбоновая кислота
140	Диметилтерефталат о-Толиламид

Следуют той же самой методике, описанной в 6.3.2 и 6.3.3, но начинают с температуры приблизительно на 3 °C ниже фактической температуры каплепадения вторичного эталона

8 Заполнение чашек смолой

8.1 Подготовка

Сгибают ушко алюминиевой чашки для взвешивания одноразового использования, свободной от масла, в горизонтальном направлении и передвигают выпускной желоб в чашку непосредственно напротив ушка. Взвешивают в чашку от 5 г до 10 г смолы.

Помещают чашку со смолой на предварительно нагретую плитку и накрывают стаканом вместимостью 600 мл или более. Нагревают смолу до тех пор, пока она почти не расплавится.

Снимают стакан с нагревательной плитки, зажимают ушко чашки щипцами или плоскогубцами и перемешивают смолу термометром типа температурного зонда до тех пор, пока она не расплавится полностью и станет однородной. Избегают попадания воздуха в расплав смолы. Температура смолы должна быть не более чем на 60 °C выше предполагаемой температуры размягчения. Вынимают термометр и начисто протирают его. Если смола дымит или выглядит кипящей, повторяют этапы, описанные выше, устанавливая максимальную температуру на 10 °C ниже температуры при предыдущем испытании.

8.2 Заполнение

Устанавливают две испытательные чашки выходным отверстием вниз на куске алюминиевой фольги, расположенном на гладкой плоской поверхности.

Зажимают ушко чашки щипцами или плоскогубцами и выливают расплавленную смолу в обе чашки. Наполняют чашки до краев.

Оставляют смолу для охлаждения, по меньшей мере, на 10 мин. Начисто срезают избыток смолы в каждой чашке слегка нагретым ножом или шпателем или зажимают чашку щипцами и быстро и плотно накрывают ее нагретой металлической пластинкой. Не проводят определение на смоле, содержащей пузырьки воздуха.

Собирают патрон, устанавливая чашку в коллектор, а затем верхнюю часть на чашку. Осторожно размещают шар на верхней поверхности чашки.

Принимают меры предосторожности, чтобы не осталось смолы на наружной поверхности чашки, внутри кожуха или манжеты коллектора. Эти детали должны оставаться чистыми во время определения. Вытирают патрон в сборе начисто перед тем, как вставить его в измерительную ячейку.

9 Проведение испытания

Описанная ниже методика подходит для измерения температуры размягчения смол методом чашки и шара. Обычно скорость нагрева определяется пользователем. Типичные скорости нагрева для смол составляют от 1,0 °C/мин до 2,5 °C/мин. Если требуется корреляция между температурой размягчения по методу чашки и шара и температурой размягчения по методу кольца и шара, как описано в ISO 4625-1, то для каждого типа смолы должна быть определена специальная скорость нагрева.

ПРИМЕЧАНИЕ Чтобы облегчить сравнение результатов определения температуры размягчения по методу чашки и шара между лабораториями, ниже приводится набор стандартных условий испытания:

Чашка: диаметр 6,35 мм

Скорость нагрева: 1,6 °C/мин

Начальная температура: на 20 °C ниже предполагаемой температуры размягчения смолы.

Предварительно устанавливают начальную температуру центрального процессора на 20 °C -25 °C ниже предполагаемой температуры размягчения смолы и выдерживают эту температуру в течение нескольких минут. Собирают патрон, тщательно центрируя шар из нержавеющей стали на верхней поверхности смолы. Располагают патрон в сборе в измерительной ячейке, соблюдая меры предосторожности, чтобы щели для светового луча находились в заданном положении. После установки измерительного прибора в режим определения температуры каплепадения начинают определение, которое включает время ожидания 30 с для достижения температурного равновесия между измерительной ячейкой и смолой и последующее автоматическое линейное изменение температуры с заданной скоростью в градусах Цельсия в минуту. Нагрев будет поддерживаться с этой скоростью до тех пор, пока не будет достигнута температура каплепадения, после чего при считывании на дисплее будет отображаться постоянная температура. Записывают эту температуру как температуру размягчения смолы.

Удаляют патрон в сборе после завершения испытания. Проверяют, чтобы смола прошла через световой луч и предварительного запуска не произошло. Если предполагается неправильное срабатывание, отбрасывают результат и повторяют определение. Тщательно проверяют аппарат, чтобы удостовериться, что в нем не осталось частиц остатка.

Очищают чашку и шар с помощью соответствующего растворителя.

Принимают меры предосторожности при очистке чашки, чтобы не поцарапать или изменить размер отверстия чашки.

Сразу же после удаления чашки в сборе очищают внутреннюю поверхность измерительной ячейки. Используют тампоны из мягкой хлопчатобумажной ткани, смоченные соответствующим растворителем.

10 Обработка результатов

Рассчитывают среднее арифметическое результатов двух определений и округляют его с точностью до 1,0 °C.

11 Прецизионность и систематическая ошибка

11.1 Общие положения

Ограниченное межлабораторное исследование прецизионности метода определения температуры размягчения по чашке и шару было проведено на тех же самых трех смолах, которые использовались при исследовании, описанном в международном стандарте ISO 4625-1.

Исследование проводилось в 1998 г. в десяти лабораториях США. Условия испытания были такими, какие перечислены в Примечании к Разделу 9.

11.2 Данные по прецизионности

Данные по прецизионности, приведенные ниже, представлены при сравнении двух результатов испытаний:

- предел повторяемости, 95 % (внутри лаборатории): 0,5 °C – 1,3 °C;
- предел воспроизводимости, 95 % (между лабораториями): 1,4 °C – 2,1 °C.

Приведенные выше термины (предел повторяемости и предел воспроизводимости) используются так, как определено в международном стандарте ISO 5725-1. Соответствующие средние квадратические отклонения результатов испытаний, полученные путем деления вышеуказанных значений на коэффициент 2,8, составляют:

- среднее квадратическое отклонение повторяемости: 0,2 °C – 0,5 °C;
- среднее квадратическое отклонение воспроизводимости: 0,5 °C – 0,8 °C.

11.3 Систематическая ошибка

Поскольку отсутствует принятый эталонный материал или метод, пригодные для определения систематической ошибки этого метода определения температуры размягчения по чашке и шару, невозможно установить систематическую ошибку.

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать, по меньшей мере, следующую информацию:

- a) все подробности, необходимые для полной идентификации испытуемого продукта, включая тип продукта;
- b) ссылку на данную часть ISO 4625 (ISO 4625-2);
- c) результат испытания, как указано в Разделе 10;
- d) любое отклонение от описанной методики испытания;
- e) дату испытания.