
**Краски, лаки и пластмассы.
Определение содержания нелетучего
вещества**

Paints, varnishes and plastics -- Determination of non-volatile matter content

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3251:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/89cff1f9-623d-472b-b414-0d2b1cd8780a/iso-3251-2008>

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



Ссылочный номер
ISO 3251:2008(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 3251:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/89cff1f9-623d-472b-b414-0d2b1cd8780a/iso-3251-2008>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2008

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	2
4 Аппаратура.....	2
5 Отбор образцов	3
6 Методика	3
7 Дополнительные условия испытания	4
8 Выражение результатов	4
9 Прецизионность.....	5
10 Протокол испытания.....	5
Приложение А (информативное) Широко используемые характеристики режима испытания	6
Библиография.....	7

(standards.iteh.ai)

ISO 3251:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/89cff1f9-623d-472b-b414-0d2b1cd8780a/iso-3251-2008>

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией, объединяющей национальные органы по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по разработке международных стандартов, как правило, ведется в технических комитетах ISO. Каждый комитет-член, заинтересованной в разработке теме, ради которой был образован данный технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, поддерживающие связь с ISO, также принимают участие в ее работе. ISO тесно сотрудничает с Международной Электротехнической Комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Части 2 Директив ISO/IEC.

Основное назначение технических комитетов заключается в разработке Международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Для опубликования международного стандарта требуется собрать не менее 75 % положительных голосов комитетов-членов, принявших участие в голосовании.

Обращается внимание на тот факт, что некоторые элементы настоящего документа могут являться предметом патентных прав. ISO не несет ответственность за идентификацию части или всех подобных патентных прав.

ISO 3251 разработан Техническим комитетом ISO/TC 35, *Краски и лаки*, Подкомитетом SC 10, *Методы испытания для связующих веществ для красок и лаков*, совместно с Техническим комитетом CEN/TC 139, *Краски и лаки*.

Настоящее четвертое издание отменяет и заменяет третье издание (ISO 3251:2003), которое было пересмотрено в техническом отношении. Основные изменения коснулись следующего:

- a) Время нагревания, температура нагревания и масса рабочей части образца подлежат согласованию в каждом отдельном случае. Таблицы, приводящие значения этих параметров, следовательно, перемещены в информационный указатель, где их следует рассматривать в качестве предложений. Были добавлены значения, пригодные для реакционных систем, например, краски для повторной окраски легковых автомобилей.
- b) Данные прецизионности были скорректированы.

Краски, лаки и пластмассы. Определение содержания нелетучего вещества

1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод определения содержания нелетучего вещества по массе красок, лаков, связующих веществ для лаков и красок, дисперсий полимеров и поликонденсационных смол, например, феноло-альдегидных полимеров (резолы, новолаковые растворы и т.д.).

Данный метод также распространяется на составленные дисперсии, содержащие наполнители, пигменты и другие вспомогательные ингредиенты, например, сгустители и пленкообразующие материалы). В отношении метода, применяемого к дисперсиям непластифицированных полимеров и каучуковых латексов, нелетучий остаток (который состоит в основном из полимерного материала и незначительных количеств вспомогательных градиентов, таких, как, эмульгаторов, защитных коллоидов, стабилизаторов, растворителей, добавляемых в качестве пленкообразующего материала, и – особенно в отношении концентрата каучуковых латексов - консервантов) должен оставаться химически стабильных в условиях испытания. Что касается пластифицированных образцов, то остаток, по определению, обычно включает пластификатор.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Содержание нелетучего вещества продукта не является абсолютным параметром и зависит от температуры и периода нагревания, используемого при определении. Следовательно, при использовании настоящего метода получают только относительные, но не истинные, значения содержания нелетучего вещества вследствие удерживания растворителя, термического разложения и испарения низкомолекулярных массовых составляющих. Данный метод, следовательно, предназначается для испытания различных партий продукта одного типа.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Данный метод пригоден для латексов синтетического каучука при условии, что нагревание в течение заданного периода времени рассматривается как адекватное (ISO 124 устанавливает нагревание до тех пор, пока потери в массе 2 г рабочей части образца после последовательных периодов нагревания не составят менее, чем 0,5 мг).

ПРИМЕЧАНИЕ 3 Собственные методы определения нелетучего вещества часто включают высушивание посредством инфракрасной или микроволновой радиации. Стандартизация подобных методов не представляется возможной, поскольку они не являются общеприменимыми. Отдельные полимерные композиции проявляют тенденцию к разложению во время такой обработки и, следовательно, дают некорректные результаты.

ISO 3233 и ISO 23811 точно определяют методы измерения объема нелетучего вещества в красках, лаках и родственных продуктах.

2 Нормативные ссылки

Нижеследующие документы являются обязательными для применения настоящего документа. В отношении датированных ссылочных документов действительно только указанное издание. В отношении недатированных ссылочных документов действительно только последнее издание данного документа, включая любые поправки к нему.

ISO 123, *Каучуковый латекс. Отбор образцов*

ISO 124, *Каучуковый латекс. Определение общего содержания сухого остатка*

ISO 1513, *Краски и лаки. Контроль и подготовка образцов для испытания*

ISO 2431, *Краски и лаки. Метод определения времени истечения с использованием воронок*

3 Термины и определения

Исходя из назначения данного документа, будут применимы следующие термины и определения.

3.1

нелетучее вещество

NV

non-volatile matter

NV

остаток по массе, полученный путем испарения при заданных условиях.

[ISO 4618:2006]

4 Аппаратура

Обычная лабораторная аппаратура вместе с нижеследующей:

4.1 Для красок, лаков, связующих для красок и лаков и дисперсий полимеров:

Плоскодонная чашка, из металла или стекла, с внутренним диаметром основания (75 ± 5) мм, высотой обода не менее 5 мм.

Чашки отличного диаметра могут использоваться по согласию между заинтересованными сторонами. Согласованный диаметр чашки должен выдерживаться в пределах ± 5 %.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Для каучуковых латексов рекомендуются чашки без краев с крышками.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 В отношении очень вязких дисперсий полимеров или латексов рекомендуется использовать алюминиевую фольгу толщиной около 0,1 мм, нарезанную треугольниками размерами приблизительно (70 ± 10) мм \times (120 ± 10) мм, которые легко можно сложить пополам, что таким образом допускало бы распределение вязкой жидкости при мягком сдавливании половинок.

4.2 Для жидких смол с поперечными связями (феноло-альдегидных полимеров):

Плоскодонная чашка, из металла или стекла, с внутренним диаметром основания (75 ± 1) мм, высотой обода 5 мм для использования с рабочей частью 3 г.

Могут использоваться чашки различных диаметров при условии, что массу рабочей части m , в граммах, вычисляют из следующего уравнения для обеспечения сравнимых толщин пленки:

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

где

d диаметр, в миллиметрах, основания чашки;

3 номинальная масса рабочей части (3 г);

75 номинальный диаметр чашки (75 мм).

4.3 Сушильный шкаф, предназначенный для проведения испытания в безопасных условиях и способный к управлению при заданной или согласованной температуре (см. Раздел 7) с точностью до ± 2 °C (для температур до 150 °C) или $\pm 3,5$ °C (для температур свыше 150 °C и до 200 °C). Печь должна быть оснащена оборудованием с принудительной вентиляцией, исключая случай с феноло-

альдегидными смолами, когда может использоваться печь, имеющая естественную конвекцию, с перфорированной металлической полкой, расположенной на высоте одной трети данной печи.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Для защиты от взрыва или огня следует осторожно обращаться с продуктами, содержащими легко воспламеняемые летучие вещества. Необходимо следовать национальному законодательству.

В отношении некоторых областей применения предпочтительным может оказаться высушивание в вакууме. В таких случаях соответствующие условия должны быть согласованы, или же должен быть использован метод, указанный в ISO 124. Для арбитражных испытаний используют печи эквивалентной конструкции.

4.4 Аналитические весы, способные взвешивать с точностью до 0,000 1 г.

4.5 Эксикатор, содержащий соответствующий осушитель, например, сухой силикагель, пропитанный хлоридом кобальта.

5 Отбор образцов

Берут типичный образец красок, лаков и связующих для красок и лаков согласно описанию в ISO 15528. Берут типичный образец дисперсий полимеров и каучуковых латексов согласно описанию в ISO 123.

Исследуют и подготавливают образцы красок и лаков для испытания согласно описанию в ISO 1513.

6 Методика

Проводят определение в двух экземплярах.

Обезжиривают и чистят чашку (4.1 или 4.2).

Для повышения прецизионности рекомендуется высушивать чашку в печи (4.3) при заданной или согласованной температуре в течение заданного или согласованного периода (см. Раздел 7) и хранить в эксикаторе (4.5) до наступления момента ее использования.

Определяют массу чистой, сухой чашки (m_0) с точностью до 1 мг. Взвешивают рабочую часть (см. Раздел 7), с точностью до 1 мг, в чашке (m_1) и равномерно распределяют ее. В случае продуктов, которые являются высоковязкими (вязкость $\nu \geq 500$ мПа·с при скорости сдвига 100 с^{-1} или времени истечения $t \geq 74$ с, измеренное с помощью 6 мм воронки в соответствии с ISO 2431) или которые образуют тонкие поверхностные пленки, распределяют рабочую часть с помощью тарной металлической проволоки, например, изогнутой, непокрытой скрепки, если необходимо, после добавления 2 мл соответствующего раствора.

Поликонденсационные смолы, используемые для красок, лаков и других областей общего применения, например, абразивы, фрикционные прокладки, крепители и формовочные материалы, требуют более высоких масс рабочих частей, так как материалы, используемые для этих применений, подлежат испытанию на более глубокие слои для того, чтобы мономеры поликонденсационных смол могли реагировать по время образования поперечных связей. Для сравнительных испытаний толщина слоя рабочей части в чашке должна оставаться постоянной. Следовательно, диаметр чашек должен составлять (75 ± 1) мм или выводится из формулы, приведенной в 4.2.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 На содержание нелетучего вещества оказывает большое влияние то, как хорошо и как долго рабочая часть образца распределяется в чашке. Если эта часть плохо распределена, например, вследствие высокой вязкости, кажущееся содержание нелетучего вещества окажется высоким.

Для обеспечения прецизионности при испытании красок, лаков и связующих для красок и лаков рекомендуется всегда добавлять 2 мл соответствующего высоколетучего растворителя.

Также рекомендуется, чтобы чашка оставалась закрытой во время процедуры взвешивания.

В случае высоколетучих продуктов рекомендуется, чтобы часть тщательной смешанной пробы помещалась в закрытую пробкой склянку или, альтернативно, в весовую пипетку или 10 мл шприц без иглы. Затем рабочая часть вводится, посредством разности, с точностью до 1 мг в чашку и равномерно распределяется по ее дну.

Если добавляют растворитель, рекомендуется, чтобы чашка с рабочей частью отстоялась до комнатной температуры в течение 10 - 15 мин.

Водные системы, например, дисперсии полимеров и каучуковые латексы, образуют брызги при нагревании вследствие создания поверхностной пленки, на которую также может влиять температура, воздушный поток в печи и, вероятно, относительная влажность. В подобных случаях толщина слоя материала в чашке, следовательно, должна сохраняться, возможно, малой.

После взвешивания и добавления растворителя чашку переносят в печь, предварительно доведенную до заданной или согласованной температуры (см. Раздел 7). Оставляют чашку в печи на заданный или согласованный период времени (см. Раздел 7).

После завершения периода нагрева переносят чашку в эксикатор и дают отстояться до комнатной температуры или, факультативно, помещают ее в свободную от пыли атмосферу для остывания.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 Не использование эксикатора может повлиять на прецизионность.

Взвешивают чашку и остаток (m_2) с точностью до 1 мг.

7 Дополнительные условия испытания

В отношении любого определенного применения метода, указанного в настоящем международном стандарте, могут приводиться дополнительные детали, кроме указанных в предыдущих разделах.

Где это целесообразно, для облегчения применения указанного метода могут быть заданы нижеследующие характеристики режима испытания:

- a) температура испытания;
- b) продолжительность нагрева;
- c) масса рабочей части.

Широко используемые значения этих характеристик приводятся в Приложении А.

8 Выражение результатов

Вычисляют содержание нелетучего вещества, NV, выражаемого как процент по массе, с помощью следующего уравнения:

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

где

- m_0 масса, в граммах, пустой чашки;
- m_1 масса, в граммах, чашки с рабочей частью;
- m_2 масса, в граммах, чашки с остатком.

Если два полученных результата (дубликаты) различаются более чем на 2 % (относительно среднего) для красок, лаков и связующих или более чем на 0,5 % для дисперсий полимеров, например, если они составляют 53,7 % и 53,1 %, повторяют методику, описанную в Разделе 6.

Вычисляют среднее двух действительных результатов (реплик) и отмечают результат испытания с точностью до 0,1 % (по массе).

9 Прецизионность

9.1 Предел повторяемости r

Предел повторяемости r является значением, ниже которого предположительно лежит абсолютная разность между двумя отдельными результатами испытания (каждое – среднее дубликатов), когда данный метод используется при условиях повторяемости. В таких случаях результаты испытания получают на идентичном материале одним оператором в одной лаборатории в пределах короткого интервала времени, используя стандартизированный метод испытания. В настоящем международном стандарте r составляет

2 % (абсолютное значение) для красок, лаков и связующих,

0,6 % (абсолютное значение) для дисперсий полимеров,

с 95 % вероятностью.

9.2 Предел воспроизводимости R

Предел воспроизводимости R является значением, ниже которого предположительно лежит абсолютная разность между двумя отдельными результатами испытания (каждое – среднее дубликатов), когда данный метод используется при условиях воспроизводимости. В таких случаях результаты испытания получают на идентичном материале операторами в различных лабораториях, используя стандартизированный метод испытания. В настоящем международном стандарте R составляет

4 % (абсолютное значение) для красок, лаков и связующих,

1 % (абсолютное значение) для дисперсий полимеров,

с 95 % вероятностью.

10 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать, по крайней мере, следующую информацию:

- a) ссылку на настоящий международный стандарт (ISO 3251);
- b) все детали, необходимые для полной идентификации испытанного продукта (изготовитель, торговая марка, номер партии и т.д.);
- c) тип использованной чашки;
- d) тип использованной печи;
- e) температуру печи и период нагрева;
- f) тип добавленного растворителя (если применимо);
- g) результат испытания согласно Разделу 8;
- h) любое отклонение от заданного метода;
- i) дата проведения испытания.

Приложение А (информативное)

Широко используемые характеристики режима испытания

Таблица А.1 — Характеристики режима испытания, широко используемые в отношении красок, лаков, связующих для красок и лаков, и жидких феноло-альдегидных полимеров

Период нагрева мин	Температура °С	Масса рабочей части г	Примеры классов продуктов
20	200	1 ± 0,1 ^a	Порошковые смолы
60	80	1 ± 0,1 ^a	Нитрат целлюлозы, лаки нитрата целлюлозы, полиизоцианатные смолы ^b
60	105	1 ± 0,1 ^a	Производные целлюлозы, целлюлозные краски и лаки, краски естественной сушки, полиизоцианатные смолы ^b
60	125	1 ± 0,1 ^a	Синтетические смолы (включая полиизоцианатные смолы ^b), краски горячей сушки (спекания), акрилатные смолы (предпочтительные условия)
60	150	1 ± 0,1 ^a	Грунтовки горячей сушки (спекания), акрилатные смолы
30	180	1 ± 0,1 ^a	Краски для нанесения покрытия электроосаждением
120	80	1 ± 0,1 ^a	Реакционные лакокрасочные системы, например, краски для повторной покраски легковых автомобилей
60	135 ^c	3 ± 0,5	Жидкие феноло-альдегидные полимеры

^a Рабочие части, исключая весом в 1 г, могут использоваться по соглашению между заинтересованными сторонами. В этом случае рекомендуется рабочая часть не более чем (2 ± 0,2) г. В отношении смол, содержащих растворители с точками кипения от 160 °С до 200 °С, рекомендуется температура печи 160 °С. Если присутствуют растворители даже с более высокими точками кипения, условия должны согласовываться между заинтересованными сторонами.

^b Характеристики режима испытания будут зависеть от индивидуального типа испытываемых полиизоцианатных смол.

^c Может использоваться альтернативная температура. Рекомендуемые альтернативные температуры 120 °С и 150 °С.

Таблица А.2 — Характеристики режима испытания, широко используемые в отношении дисперсий полимеров

Период нагрева мин	Температура °С	Масса рабочей части г	Метод ^a
120	80	1 ± 0,2 ^b	А
60	105	1 ± 0,2 ^b	В
60	125	1 ± 0,2 ^b	С
30	140	1 ± 0,2 ^b	Д

^a Используемые условия будут зависеть от типа испытываемой дисперсии полимера или латекса и должны выбираться по соглашению между заинтересованными сторонами.

^b Рабочие части, исключая весом в 1 г, могут использоваться по соглашению между заинтересованными сторонами. При этом размер рабочей части не должен превышать 2,5 г.

Рабочие части весом от 0,2 г до 0,4 г, взвешенные с точностью до 0,1 мг, могут также использоваться. В этом случае период нагрева может быть уменьшен, при условии, если было установлено (путем измерений в отношении типа испытываемой дисперсии), что полученные результаты не будут отличаться от тех, которые были получены при условиях, приведенных в настоящей таблице.