

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10370-1: 2014

ISO 11890-1 : 2007

SƠN VÀ VEC NI - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG HỢP CHẤT HỮU CƠ DỄ BAY HƠI - PHẦN 1:
PHƯƠNG PHÁP HIỆU SỐ

Paints and varnishes - Determination of volatile organic compound (VOC) content - Part 1: Difference method

Lời nói đầu

TCVN 10370-1: 2014 hoàn toàn tương đương ISO 11890-1:2007

TCVN 10370-1: 2014 do Viện Vật liệu xây dựng - Bộ Xây dựng đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

SƠN VÀ VEC NI - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG HỢP CHẤT HỮU CƠ DỄ BAY HƠI - PHẦN 1:
PHƯƠNG PHÁP HIỆU SỐ

Paints and varnishes - Determination of volatile organic compound (VOC) content - Part 1: Difference method

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này là một trong các tiêu chuẩn liên quan đến việc lấy mẫu và thử tính chất của sơn, vec ni và những sản phẩm liên quan.

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng các hợp chất hữu cơ dễ bay hơi (VOC) trong các loại sơn, vec ni và các nguyên liệu thô có hàm lượng VOC lớn hơn 15 % khối lượng. Trong trường hợp hàm lượng VOC lớn hơn 0,1 % và nhỏ hơn 15 % khối lượng, phải sử dụng phương pháp theo TCVN 10370-2:2014 (ISO 11890-2:2007).

Phương pháp này giả định rằng các chất dễ bay hơi là nước hoặc chất hữu cơ. Tuy nhiên, các hợp chất vô cơ dễ bay hơi khác có thể có mặt và có thể cần phải được định lượng bằng một phương pháp phù hợp khác và cho phép trong tính toán.

2. Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 2090 : 2007 (ISO 15528 : 2000) Sơn, vecni và nguyên liệu cho sơn và vecni - Lấy mẫu.

TCVN 2309:2009 (ISO 760), Xác định hàm lượng nước - Phương pháp Karl Fisher (phương pháp chung);

TCVN 5669:2007 (ISO 1513:1992), Sơn và vec ni - Kiểm tra và chuẩn bị mẫu thử;

TCVN 5668:1993 (ISO 3270), Sơn vecni và nguyên liệu của chúng nhiệt độ và độ ẩm điều hòa thí nghiệm;

TCVN 10370-2:2014, Sơn và vec ni - Xác định hàm lượng hợp chất hữu cơ dễ bay hơi. Phần 2 - Phương pháp sắc ký khí;

ISO 2811-1, Paint and varnishes - Determination of density - Part 1: Pycnometer method (Sơn và vec ni - Xác định khối lượng riêng - Phần 1: Phương pháp phù kế);

ISO 2811-2, Paint and varnishes - Determination of density - Part 2: Immersed body (plummet) method (Sơn và vec ni - Xác định khối lượng riêng - Phần 2: Phương pháp cân);

ISO 2811-3, Paint and varnishes - Determination of density - Part 3: Oscillation method (Sơn và vec ni - Xác định khối lượng riêng - Phần 3: Phương pháp dao động);

ISO 2811-4, Paint and varnishes - Determination of density - Part 4: Pressure cup method (Sơn và vec ni - Xác định khối lượng riêng - Phần 4: Phương pháp cốc áp lực);

ISO 3251 Paints, varnishes and plastics - Determination of non - volatile matter content (Sơn và vec ni - Xác định hàm lượng hợp chất không bay hơi).

3. Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này sử dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau:

3.1. Hợp chất hữu cơ dễ bay hơi (VOC) (Volatile organic compound)

Chất hữu cơ ở dạng rắn và/hoặc lỏng có thể bay hơi một cách tự nhiên khi tiếp xúc với áp suất khí quyển tại nhiệt độ thường.

CHÚ THÍCH 1: Khi sử dụng thuật ngữ VOC trong lĩnh vực vật liệu phủ, được hiểu là hàm lượng chất hữu cơ dễ bay hơi (hàm lượng VOC).

CHÚ THÍCH 2: Theo luật Mỹ (US), thuật ngữ VOC chỉ quy định đối với những hợp chất có hoạt tính quang hóa trong không khí (xem ASTM D 3960). Những hợp chất khác được xem là những hợp chất ngoại trừ.

[ISO 4618:2006].

CHÚ THÍCH 3: Theo luật châu Âu (EU) chỉ thị 2004/42/EC, thuật ngữ VOC là những hợp chất hữu cơ dễ bay hơi có điểm sôi không lớn hơn 250 °C, dưới điều kiện áp suất 101,3 kPa.

3.2. Hàm lượng hợp chất hữu cơ dễ bay hơi (Volatile organic compound content)

VOC content (Hàm lượng VOC)

Khối lượng của các hợp chất hữu cơ dễ bay hơi có trong các vật liệu phủ, khi được định lượng ở các điều kiện xác định.

CHÚ THÍCH 1: Đặc tính và số lượng của các hợp chất được sử dụng để định lượng sẽ phụ thuộc vào lĩnh vực áp dụng của vật liệu màng phủ. Với mỗi lĩnh vực áp dụng, các giá trị giới hạn và các phương pháp xác định hoặc tính toán được quy định theo các quy tắc hoặc thỏa thuận.

[ISO 4618:2006]

CHÚ THÍCH 2: Nếu thuật ngữ VOC chỉ những hợp chất có điểm sôi lớn nhất xác định (xem chú thích 3 trong 3.1), Những hợp chất có điểm sôi dưới giới hạn lớn nhất được coi là thành phần của hàm lượng VOC và những hợp chất có điểm sôi cao hơn giới hạn lớn nhất được xem là những hợp chất không bay hơi.

3.3. Hợp chất ngoại trừ (Exempt compound)

Hợp chất hữu cơ không tham gia các phản ứng quang hóa trong khí quyển.

CHÚ THÍCH: *xem chú thích 2 và 3 trong 3.1*

3.4. Trạng thái sẵn sàng để sử dụng (Ready for use)

Trạng thái sản phẩm khi được trộn theo đúng tỉ lệ hướng dẫn của nhà sản xuất và được pha loãng bằng các chất làm loãng thích hợp (nếu cần) để sản phẩm sẵn sàng cho sử dụng theo phương pháp đã được chấp nhận.

4. Nguyên tắc

Sau khi chuẩn bị mẫu, hàm lượng chất không bay hơi được xác định theo ISO 3251 và hàm lượng nước được xác định bằng phương pháp chuẩn độ sử dụng thuốc thử Karl Fischer theo TCVN 2309:2009 (ISO 760). Hàm lượng của các hợp chất ngoại trừ (nếu áp dụng) được xác định bằng cách sử dụng các phương pháp quy định trong TCVN 10370-2:2014 (ISO 11890-2:2007). Sau đó, tính hàm lượng VOC trong mẫu theo công thức tính.

5. Thông tin yêu cầu bổ sung

Đối với những trường hợp đặc biệt, phương pháp thử được thiết lập trong tiêu chuẩn này phải được thực hiện theo thông tin bổ sung trong phụ lục A.

6. Lấy mẫu

Lấy mẫu đại diện của sản phẩm được thử (hoặc mỗi sản phẩm trong trường hợp hệ thống màng nhiều lớp) theo qui định trong TCVN 2090:2007 (ISO 15528:2000).

Kiểm tra và chuẩn bị mỗi mẫu thử nghiệm theo qui định trong TCVN 5669 (ISO 1513), chuẩn bị mẫu thử cuối cùng cho việc thử nghiệm ở trạng thái sẵn sàng để sử dụng.

7. Cách tiến hành

7.1. Số lượng mẫu và điều kiện thử

Tiến hành tất cả các phép thử ở $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ và độ ẩm tương đối $(50 \pm 5)\%$ trừ khi có sự thỏa thuận khác (xem TCVN 5668:1993 (ISO 3270))

7.2. Xác định các thông số

Xác định các thông số cần thiết theo công thức tính (xem 8.2 đến 8.5) được quy định trong 7.3 đến 7.6. Một vài thông số có thể được xác định bằng các phương pháp khác, phụ thuộc vào hợp chất có mặt trong mẫu phân tích.

7.3. Khối lượng riêng

Nếu yêu cầu theo công thức tính (xem 8.3 đến 8.5), xác định khối lượng riêng của mẫu sơn theo ISO 2811 sẽ cho kết quả chính xác nhất đối với các mẫu thử. Xác định khối lượng riêng tại 23°C .

7.4. Hàm lượng chất không bay hơi

Đối với sản phẩm một thành phần, cân các lượng mẫu thử thích hợp (xem Bảng 1 trong ISO 3251:2008) vào trong đĩa thí nghiệm theo ISO 3251. Tiến hành các bước theo ISO 3251.

Đối với sản phẩm nhiều thành phần, trộn đều các thành phần theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Ngay sau đó cân các lượng mẫu thử thích hợp (xem Bảng 1 trong ISO 3251:2003) vào trong các đĩa thí nghiệm theo ISO 3251. Lưu mẫu thử trong đĩa ở điều kiện chuẩn trong 1h ở $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ và áp suất khí quyển. Sau đó đặt đĩa vào lò và tiến hành theo ISO 3251.

Nếu có sự phân hủy hoặc biến chất xuất hiện trong quá trình gia nhiệt thì thời gian và/hoặc nhiệt độ khác điều kiện trong ISO 3251 có thể được sử dụng khi có sự đồng ý giữa các bên liên quan.

7.5. Hàm lượng nước

Xác định hàm lượng nước theo phần trăm khối lượng bằng phương pháp nêu trong TCVN 2309:2009 (ISO 760), lựa chọn chất chuẩn để không làm ảnh hưởng tới những hợp chất trong mẫu thử. Nếu các hợp chất này chưa biết thì phải xác định định tính của chúng, theo 9.4 trong TCVN 10370-2:2014 (ISO 11890-2:2007);

CHÚ THÍCH 1: Các hợp chất điển hình sau có thể là nguyên nhân gây ảnh hưởng tới các chất trong mẫu như ketone và aldehyt. Nhà sản xuất chất chuẩn thường công bố tài liệu hướng dẫn lựa chọn chất chuẩn chính xác.

CHÚ THÍCH 2: Nếu sản phẩm kiểm tra có tính chất tốt và được khẳng định là không chứa nước, thì có thể không cần xác định hàm lượng nước và giả định hàm lượng nước bằng "0".

7.6. Hợp chất ngoại trừ (Chỉ áp dụng khi có qui chuẩn quốc gia)

7.6.1. Nếu hợp chất hữu cơ chứa trong mẫu chưa xác định thì phải xác định định tính theo TCVN 10370-2:2014 (ISO 11890-2:2007).

7.6.2. Xác định hàm lượng hợp chất ngoại trừ chứa trong mẫu theo TCVN 10370-2:2014 (ISO 11890-2:2007).

7.6.3. Xác định khối lượng riêng của hợp chất ngoại trừ theo phương pháp nêu trong 7.3 hoặc theo chỉ dẫn đi kèm.

8. Tính kết quả

8.1. Qui định chung

Tính hàm lượng VOC theo các phương pháp được yêu cầu. Nếu không yêu cầu phương pháp cụ thể, tính hàm lượng VOC theo phương pháp 1.

Phương pháp 1 là phương pháp được sử dụng thích hợp vì độ chính xác cao hơn do không liên quan đến việc xác định khối lượng riêng.

8.2. Phương pháp 1: Hàm lượng VOC của sản phẩm "sẵn sàng để sử dụng", tính bằng phần trăm khối lượng

$$\text{VOC} = 100 - NV - W_w \quad (1)$$

trong đó:

VOC là hàm lượng VOC của sản phẩm "sẵn sàng để sử dụng", tính bằng phần trăm khối lượng;

NV là hàm lượng các chất không phải VOC (xem 7.4), tính bằng phần trăm khối lượng;

W_w là hàm lượng nước (xem 7.5), tính bằng phần trăm khối lượng.

8.3. Phương pháp 2: Hàm lượng VOC của sản phẩm "sẵn sàng để sử dụng", tính bằng g/L

$$VOC = (100 - NV - W_w) \times \rho_s \times 10 \quad (2)$$

trong đó:

VOC là hàm lượng VOC của sản phẩm “sẵn sàng để sử dụng”, tính bằng g/L;

NV là hàm lượng chất không bay hơi (xem 7.4), tính bằng phần trăm khối lượng;

W_w là hàm lượng nước, tính bằng phần trăm khối lượng (xem 7.5);

ρ_s là khối lượng riêng của mẫu ở 23 °C (xem 7.3), tính bằng g/mL;

10 là hệ số chuyển đổi để chuyển về g/L.

8.4. Phương pháp 3: Hàm lượng VOC của sản phẩm “sẵn sàng để sử dụng” ít nước, tính bằng g/L

$$VOC_{lw} = \left(\frac{100 - NV - W_w}{100 - \rho_s \times \frac{m_w}{\rho_w}} \right) \times \rho_s \times 1000 \quad (3)$$

trong đó:

VOC_{lw} là hàm lượng VOC của sản phẩm “sẵn sàng để sử dụng” ít nước, g/L;

NV là hàm lượng chất không bay hơi (xem 7.4), tính bằng phần trăm khối lượng;

W_w là hàm lượng nước, tính bằng phần trăm khối lượng (xem 7.5);

ρ_s là khối lượng riêng của mẫu ở 23 °C (xem 7.3), g/mL;

ρ_w là khối lượng riêng của nước ở 23 °C (= 0,997537 g/mL), g/mL;

1000 là hệ số chuyển đổi đơn vị g/mL thành g/L.

8.5. Phương pháp 4: Hàm lượng VOC của sản phẩm “sẵn sàng để sử dụng” ít nước và ít những hợp chất ngoại trừ, tính bằng g/L (chỉ yêu cầu khi có qui chuẩn quốc gia)

$$VOC_{lwe} = \left(\frac{100 - NV - W_w - \sum_{i=1}^{i=n} W_{eci}}{1 - \rho_s \times \frac{m_w}{\rho_w} - \rho_s \times \sum_{i=1}^{i=n} \frac{W_{eci}}{\rho_{eci}}} \right) \times \rho_s \times 1000 \quad (4)$$

trong đó:

VOC_{lwe} là hàm lượng VOC của sản phẩm “sẵn sàng để sử dụng” ít nước và ít những hợp chất được ngoại trừ, g/L;

NV là hàm lượng chất không phải VOC (xem 7.4), tính bằng % khối lượng;

W_w là hàm lượng nước (xem 7.5), tính bằng phần trăm khối lượng;

W_{eci} là hàm lượng của chất cần xác định (xem 7.6.2), tính bằng phần trăm khối lượng;

ρ_s là khối lượng riêng của hỗn hợp sơn ở nhiệt độ 23 °C (xem 7.3), g/mL;

ρ_w là khối lượng riêng của nước ở 23 °C ($\rho_w = 0,997537$ g/mL ở 23 °C), g/mL;

ρ_{eci} là khối lượng riêng của hỗn hợp chất ngoại trừ (xem 7.6.3), g/mL;

1000 là hệ số chuyển đổi từ g/mL về g/L.

9. Biểu thị kết quả

Nếu hai kết quả (làm lặp lại) khác nhau nhiều hơn giá trị mô tả theo 10.2 lặp lại quá trình thí nghiệm.

Tính trung bình kết quả hai giá trị (lần lặp lại). Báo cáo kết quả có độ chính xác 1 %.

10. Độ chụm

10.1. Qui định chung

Độ chụm của phương pháp thử được xác định bởi việc thử nghiệm ở nhiều phòng thí nghiệm theo TCVN 6910-1:2001 (ISO 5725-1) và TCVN 6910-2:2001 (ISO 5725-2). Ba loại vật liệu khác nhau được thử trong năm đến bảy phòng thí nghiệm. Một số kết quả không được xem xét khi tính độ chính xác ở hàm lượng VOC nhỏ hơn 15 % vì không nằm trong phạm vi áp dụng của phương pháp (xem chú dẫn a Bảng 1). Hàm lượng VOC nhỏ hơn 15 % khối lượng, khi thử bằng phương pháp này độ chính xác thấp hơn so với TCVN 10370-2:2014 (ISO 11890-2:2007).

10.2. Giới hạn độ lặp r

Giới hạn độ lặp r là chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm độc lập tiến hành trên cùng một mẫu, bởi cùng một người trong một phòng thí nghiệm, trong một thời gian ngắn sử dụng phương pháp thử nghiệm đã được chuẩn hóa.

Độ lặp của 5 lần xác định theo phương pháp này được diễn đạt là hệ số phương sai độ lặp lại $CV(r)$ là 1 %.

10.3. Giới hạn độ tái lập R

Giới hạn độ tái lập R là chênh lệch trị tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm độc lập, tiến hành trên cùng một mẫu, do các thí nghiệm viên trong các phòng thí nghiệm khác nhau, sử dụng phương pháp thử nghiệm đã được chuẩn hóa

Độ tái lập cho phương pháp này được thể hiện như hệ số phương sai độ tái lập $CV(R)$ là 2 %.

Bảng 1 - Kết quả thử nghiệm liên phòng thí nghiệm

Thông số	Sơn mạ điện catốt ^{a)}	Sơn gốc nước ^{a)}	Vecni hai thành phần
Số phòng thí nghiệm	7	5	6
Số lần lặp lại thí nghiệm	5	5	5
Giá trị VOC trung bình, % khối lượng	11,46	11,11	39,8
Độ lệch chuẩn tái lập	0,93	2,25	0,76
Hệ số phương sai tái lập	8,1	20,3	1,9
Độ lệch chuẩn lặp lại	0,54	0,29	0,23
Hệ số phương sai lặp lại	4,7	2,6	0,6

^{a)} Không xem xét độ chụm bởi vì hàm lượng VOC nhỏ hơn 15 % khối lượng.

11. Báo cáo thử nghiệm

Trong báo cáo thử nghiệm bao gồm ít nhất các thông tin sau đây:

- Viện dẫn tiêu chuẩn này
- Tất cả các thông tin cần thiết cho việc nhận biết sản phẩm thử nghiệm (nhà sản xuất, tên thương mại, số lô,...);
- Những thông tin yêu cầu bổ sung trong Phụ lục A
- Tiêu chuẩn quốc tế hoặc quốc gia, yêu cầu kỹ thuật của sản phẩm hoặc những tài liệu cung cấp thông tin liên quan đến mục c ở trên;
- Kết quả của phép thử như chỉ ra trong điều 8 và phương pháp sử dụng để tính (theo 8.2, 8.3, 8.4 hoặc 8.5);
- Bất kì độ lệch nào so với phương pháp đã qui định;
- Ngày thử mẫu.

Phụ lục A

(Qui định)

Thông tin yêu cầu bổ sung

Những thông tin yêu cầu bổ sung cho phép phương pháp thử nghiệm thực hiện. Những thông tin này phải được sự đồng ý giữa các bên liên quan và có thể được trích dẫn trong từng phần hoặc toàn bộ

từ các tiêu chuẩn quốc tế và tiêu chuẩn quốc gia hoặc những tài liệu liên quan tới sản phẩm thử nghiệm

- a. Hợp chất hữu cơ cần được xác định (nếu biết)
- b. Phương pháp phân tích cần được sử dụng để xác định những hợp chất đó.
- c. Những hợp chất hữu cơ trong phần a là những hợp chất ngoại trừ (xem 7.6)
- d. Phương pháp tính được sử dụng (xem Điều 8)

THƯ MỤC TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] ISO 4618, Paint and varnishes - Term and definitions (*Sơn và véc ni - Thuật ngữ và định nghĩa*)
- [2] ISO 5725-1, Accuracy (trueness and precision) of measurement method and results - Part 1: General principles and definitions (*Độ chính xác của phương pháp đo và kết quả - Phần 1: Nguyên tắc chung và định nghĩa*).
- [3] ISO 5725-2, Accuracy (trueness and precision) of measurement method and results - Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method (*Độ chính xác của phương pháp đo và kết quả - Phần 2: Phương pháp cơ bản để xác định độ lặp và độ tái lập của phương pháp đo chuẩn*).
- [4] ASTM D 3960, Standard Practice for Determining Volatile Organic Compound (VOC) Content of Paint Related Coatings (*Sơn và các màng phủ liên quan - Phương pháp xác định hàm lượng hợp chất hữu cơ dễ bay hơi (VOC)*).
- [5] European Directive 2004/42/EC.

MỤC LỤC

Lời nói đầu

1 Phạm vi áp dụng

2 Tài liệu viện dẫn

3 Thuật ngữ và định nghĩa

4 Nguyên tắc thử

5 Thông tin yêu cầu bổ sung

6 Lấy mẫu

7 Cách tiến hành

8 Tính kết quả

9 Biểu thị kết quả

10 Độ chụm

11 Báo cáo thử nghiệm

Phụ lục A (Quy định) Thông tin yêu cầu bổ sung

Tài liệu tham khảo