**Межгосударственный стандарт ГОСТ 17537-72
"Материалы лакокрасочные. Методы определения массовой доли летучих и нелетучих, твердых и пленкообразующих веществ"
(утв. постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 3 февраля 1972 г. N 361)**

**Paint materials. Methods for determination of content of volatile and non-volatile matters, hard and film-forming materials**

Дата введения установлена 1 января 1973 г.

Взамен ГОСТ 6989-54, ГОСТ 6059-51

Настоящий стандарт распространяется на лакокрасочные материалы, их полуфабрикаты, смолы и т.п. и устанавливает методы определения массовой доли летучих и нелетучих, твердых и пленкообразующих веществ.

Термины, используемые в стандарте, и их определения приведены в [приложении 2](#sub_2000).

**(Измененная редакция, Изм. N 1, 2, 3).**

**1. Метод определения массовой доли летучих и нелетучих веществ**

1.1. Сущность метода

Метод заключается в нагревании пробы лакокрасочного материала при определенной температуре в течение заданного промежутка времени или до достижения постоянной массы и определения массовой доли летучих и нелетучих веществ по разности результатов взвешивания до и после нагревания.

1.2. Отбор проб - по ГОСТ 9980.2-86.

1.3. Аппаратура и реактивы

Для проведения испытания применяют:

шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающим поддержание требуемой температуры нагрева с погрешностью не более 2°С. Допускается применять установку с инфракрасной лампой типа ИКЗ 215-225-250, ИКЗ 215-225-500 или ИКЗ 215-225-500-1 по ТУ 16-87 ИФМР 675000.006 ТУ; весы ВЛВ-100 по ТУ 25.06.1316-76, обеспечивающие одновременно сушку и взвешивание;

прибор для ускоренного определения влажности формовочных материалов модели 062М, состоящий из вольтметра с пределами измерения от 0 до 250 В, по ГОСТ 8711-93 автотрансформатора типа латер - 1М или другого аналогичного типа, инфракрасной лампы мощностью 500 Вт;

водяную баню;

чашки с плоским дном из белой или черной жести по ГОСТ 13345-85 или алюминия по ГОСТ 13726-97 толщиной от 0,2 до 0,5 мм, диаметром от 50 до 90 мм и высотой бортика от 5 до 10 мм или стеклянные типа чашек Петри по ГОСТ 25336-82 диаметром 40 или 100 мм. Для ненасыщенных полиэфирных материалов применяют чашки из черной жести, для водоразбавляемых материалов - из белой жести диаметром от 80 до 90 мм и высотой бортика от 8 до 10 мм;

пластинки из белой или черной жести или алюминия размером 100 х 100 мм, толщиной от 0,3 до 0,5 мм или стеклянные 9х12-1,2 по ТУ-0284461-058-90.

Допускается применять чашки и пластинки из других материалов и других размеров, если это указано в нормативно-технической документации на лакокрасочный материал;

крышки для чашек;

эксикатор по ГОСТ 25336-82 с осушителем (например, кальций хлористый технический прокаленный по ГОСТ 450-77);

весы лабораторные технические с погрешностью взвешивания не более 0,02 г;

весы аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г (при проведении испытания на приборе модели 062М);

тонкую прямую или согнутую под прямым утлом стеклянную палочку или металлическую проволоку;

термометр с ценой деления не более 2°С по ГОСТ 28498-90;

секундомер;

уайт-спирит (нефрас С 4 155/200) по ГОСТ 3134-78;

ацетон технический по ГОСТ 2768-84.

**(Измененная редакция, Изм. N 3).**

1.4. Проведение испытания

1.4.1. Масса пробы, температура и время выдержки при температуре, взятой для испытания пробы, должны быть указаны в нормативно-технической документации (НТД) на лакокрасочный материал. Если нет таких указаний, в чашки отбирают пробы массой 1,80-2,20 г и нагревание проводят в течение 3 ч при температуре (105 +- 2)°С. Допускается проводить нагревание до постоянной массы при температуре, рекомендуемой в [приложении 3](#sub_3000).

Одновременно проводят не менее двух параллельных определений.

1.4.2. В сушильном шкафу устанавливают необходимую температуру. Перед взвешиванием чашки, предварительно протертые ацетоном или уайт-спиритом (или другим растворителем, указанным в нормативно-технической документации на лакокрасочный материал), выдерживают в сушильном шкафу при температуре испытания в течение не менее 10 мин. После этого чашки помещают в эксикатор, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают.

Пробы испытуемого материала, тщательно размешанного до однородной консистенции, помещают в чашки и взвешивают. Во избежание потери летучих веществ чашки во время взвешивания закрывают крышками или пластинками.

После взвешивания чашки открывают и, вращая их, распределяют содержимое тонким слоем по всей поверхности дна, после чего помещают в сушильный шкаф в горизонтальном положении и нагревают. После нагревания их переносят в эксикатор, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают.

Если нагревание проводят до постоянной массы, то первое взвешивание проводят через 1 ч или через 30 мин в случае использования весов типа ВЛВ-100, а затем через каждые 30 мин.

Расхождение между результатами двух последних взвешиваний не должно превышать 0,01 г.

При проведении испытания под инфракрасной лампой ([приложение 1](#sub_1000)) первое взвешивание проводят через 5 мин, а затем через каждые 3-5 мин, если в НТД на лакокрасочный материал не указано другое время. При разногласиях в оценке показателя определение массовой доли проводят в сушильном шкафу.

1.4.3. Если в НТД не изложена методика проведения испытания материалов, образующих поверхностную пленку, испытание проводят следующим образом.

Чашки со стеклянными палочками или проволочками нагревают, охлаждают и взвешивают, как указано в [п. 1.4.2](#sub_142).

Затем в чашки быстро отвешивают пробу испытуемого материала, избегая испарения. Продукт равномерно распределяют палочкой или проволокой по дну чашек. Чашки с испытуемым материалом вместе с палочками или проволоками помещают в сушильный шкаф и нагревают. Чтобы разрушить поверхностную пленку, чашки через 10-15 мин вынимают из шкафа, палочкой или проволокой перемешивают материал, и снова помещают в сушильный шкаф. По истечении времени нагревания, установленного для данного материала, чашки переносят в эксикатор, охлаждают до комнатной температуры и взвешивают.

**1.4.1 - 1.4.3. (Измененная редакция, Изм. N 3).**

1.4.4. При испытании высоковязких материалов, не растекающихся при температуре испытания, применяют две предварительно взвешенные пластинки. Испытуемый материал помещают на пластинку, накрывают ее второй пластинкой и осторожно сжимают. Испытуемый материал при этом должен распределяться между пластинками тонким слоем и не вытекать за их пределы.

Пластинки с материалом взвешивают, после чего их разъединяют, помещают в сушильный шкаф и проводят испытание в соответствии с [п. 1.4.2](#sub_142).

1.4.5. При испытании водоразбавляемых материалов навеску помещают в предварительно нагретую, охлажденную и взвешенную чашку со стеклянной палочкой, согнутой под прямым углом. Масса навески должна быть указана в НТД на лакокрасочный материал. Если нет такого указания, масса навески составляет 0,80-0,90 г. Чашку с испытуемым материалом и палочкой помещают в соответствующее по диаметру отверстие кипящей водяной бани на 15-20 мин, периодически перемешивая материал через каждые 2-3 мин.

После нагревания чашку снимают, удаляют со дна влагу фильтровальной бумагой, охлаждают и взвешивают.

Допускается проводить испытания в сушильном шкафу при условиях, указанных в НТД на лакокрасочный материал.

**(Измененная редакция, Изм. N 3).**

1.4.6. **(Исключен, Изм. N 3)**.

1.4.7. При проведении испытания на приборе для ускоренного определения влажности формовочных материалов модели 062М прибор подготавливают к работе согласно инструкции. Прибор включают в электросеть через автотрансформатор и устанавливают напряжение 180 В, контролируя его вольтметром.

Чистые сухие чашки устанавливают на столик прибора, включают лампу, выдерживают в течение 5 мин, после чего охлаждают в эксикаторе и взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака. От 1,0 до 1,2 г испытуемого материала помещают в чашку, равномерно распределяют по дну и взвешивают вместе с крышками. Чашки помещают на столик прибора при комнатной температуре и одновременно включают секундомер и лампу.

Время выдержки чашек под лампой при напряжении 180 В указывают в нормативно-технической документации на испытуемый материал. Затем чашки с содержимым охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

1.5. Обработка результатов

Массовую долю летучих (X) и нелетучих (Х\_1) веществ в процентах вычисляют по формулам

 m - m

 1 2

 Х = ────── x 100; (1)

 m

 1

 m

 2

 X = ───── x 100, (2)

 1 m

 1

где m - масса испытуемого материала до нагревания, г;

 1

 m - масса испытуемого материала после нагревания, г.

 2

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов проведенных параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 1%.

Результат записывают с точностью до первого десятичного знака.

**1.4.7; 1.5. (Измененная редакция, Изм. N 3).**

**2. Метод определения массовой доли твердых веществ**

2.1. Сущность метода

Метод заключается в экстрагировании пленкообразующего вещества растворителем из навески испытуемого лакокрасочного материала, отделении твердого вещества центрифугированием, высушивании и взвешивании осадка и определении массовой доли твердых веществ по отношению к массе взятой пробы.

2.2. Отбор проб - по [п. 1.2](#sub_102).

2.3. Аппаратура и реактивы

Для проведения испытания применяют:

шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающим поддержание требуемой температуры нагрева с погрешностью не более 2°С.

эксикатор по ГОСТ 25336-82 с осушителем (например, кальций хлористый технический прокаленный по ГОСТ 450-77);

весы лабораторные технические с погрешностью взвешивания не более 0,02 г;

тонкую прямую стеклянную палочку;

центрифугу с частотой вращения не менее 50 с(-1), набором специальных пробирок вместимостью 25 или 50 см3 по ГОСТ 25336-82;.

растворитель по нормативно-технической документации на лакокрасочный материал;

пипетка вместимостью 10 см3 по НТД;.

фильтровальная бумага по ГОСТ 12026-76.

**(Измененная редакция, Изм. N 3).**

2.4. Проведение испытания

2.4.1. Пробирку вместимостью 25 см3 предварительно взвешивают. От 2,0 до 3,0 г испытуемого материала, предварительно размешанного до однородной массы, отвешивают в пробирку.

К пробе прибавляют небольшими порциями примерно 10 см3 растворителя, после чего содержимое пробирки тщательно размешивают стеклянной палочкой. Остаток на палочке после размешивания смывают в ту же пробирку таким количеством растворителя, чтобы пробирка заполнилась на 3/4 ее вместимости.

Центрифугирование проводят до полного разделения смеси и появления над осадком прозрачного раствора.

Допускается одновременно проводить центрифугирование нескольких материалов.

Для каждого материала проводят не менее двух параллельных испытаний. Для соблюдения равновесия пробирки в центрифугу вставляют симметрично. Если требуется провести нечетное число анализов, то для уравновешивания вставляют пробирки, заполненные водой. Масса заполненных пробирок должна быть одинаковой.

2.4.2. Раствор над осадком осторожно декантируют и в пробирки вновь добавляют 10 см3 растворителя. Добавление растворителя, перемешивание его с осадком, центрифугирование и декантацию повторяют до тех пор, пока капля жидкости, взятая стеклянной палочкой из пробирки после центрифугирования, не будет оставлять следов на фильтровальной бумаге после испарения растворителя.

**2.4.1; 2.4.2. (Измененная редакция, Изм. N 3).**

2.4.3. Пробирку с осадком сушат в сушильном шкафу при температуре (105 +- 2)°С до достижения постоянной массы, если нет других указаний в нормативно-технической документации на лакокрасочный материал. Перед каждым взвешиванием пробирку охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе.

2.4.4. Допускается применять пробирки вместимостью 50 см3. В этом случае массу пробы лакокрасочного материала увеличивают в два-три раза и соответственно количество растворителя.

2.5. Обработка результатов

Массовую долю твердых веществ (Х\_2) в процентах вычисляют по формуле

 m

 4

 X = ───── x 100, (3)

 2 m

 3

где m - масса испытуемого материала до нагревания, г;

 3

 m - масса высушенного осадка (твердого вещества), г.

 4

За результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 1%.

Результат записывают с точностью до первого десятичного знака.

**2.4.4; 2.5. (Измененная редакция, Изм. N 3).**

**3. Определение массовой доли пленкообразующих веществ**

Массовую долю пленкообразующих веществ (Х\_3) в процентах вычисляют по формуле

 X = X - X , (4)

 3 1 2

где X - среднее арифметическое значение массовой доли нелетучих

 1

 веществ, %;

 Х - среднее арифметическое значение массовой доли твердых

 2

 веществ, %.

**Разд. 1-3. (Измененная редакция, Изм. N 2).**

Разд. 4, 5. **(Исключены, Изм. N 2)**.

**Приложение 1**

**Рекомендуемое**

**Схема
установки для определения летучих и нелетучих веществ**

****

"Схема установки для определения летучих и нелетучих веществ"

Установка для определения летучих и нелетучих веществ состоит из инфракрасной лампы (3), укрепленной на штативе (4) над подставкой (5), покрытой асбестом и огороженной экраном (6), изготовленным из материала, обеспечивающего теплоизоляцию (температура наружных стенок не должна превышать 50°С).

Температуру, необходимую для испытания, устанавливают при помощи терморегулятора (2) типа ЭРА-М[\*](#sub_11111) и контролируют ртутным термометром (7). Датчик терморегулятора (1) и контрольный термометр устанавливают в направляющих трубках, расположенных под углом 45° к подставке и закрепленных в отверстиях боковых стенок. Рабочие части термометра и датчика должны находиться над образцом в центре освещенного круга на расстоянии не более 10 мм от подставки. Расстояние от лампы до образца должно быть не менее 5 см.

В передней стенке экрана должна быть дверца (8) для установки испытуемых образцов (9), которые помещают на теплоизоляционную подставку размером 350 х 350 мм.

Установка должна находиться в вытяжном шкафу.

**Приложение 1. (Измененная редакция, Изм. N 2, 3, Поправка).**

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

\* Допускается применение терморегуляторов других типов с характеристиками, обеспечивающими заданную погрешность нагрева.

**Приложение 2**

**Справочное**

**Термины, используемые в стандарте, и их определения**

┌─────────────────────┬─────────────────────────────────────────────────┐

│ Термин │ Определение │

├─────────────────────┼─────────────────────────────────────────────────┤

│**Летучие вещества** │Совокупность растворителей, разбавителей, влаги и│

│ │других продуктов, содержащихся в лакокрасочном│

│ │материале и испаряющихся при высыхании │

│ │ │

│**Пленкообразующие** │Нелетучая часть лакокрасочной среды, которая│

│**вещества** │образует пленку, связывает пигменты и наполнители│

│ │ │

│**Твердые вещества** │Совокупность пигментов и наполнителей,│

│ │содержащихся в лакокрасочном материале │

│ │ │

│**Нелетучие вещества** │Совокупность пленкообразующих и твердых веществ,│

│ │остающихся после испарения из лакокрасочного│

│ │материала летучих веществ │

└─────────────────────┴─────────────────────────────────────────────────┘

**Приложение 2 (Измененная редакция, Изм. N 2).**

**Приложение 3**

**Рекомендуемое**

**Рекомендуемые температуры сушки некоторых лакокрасочных материалов**

┌───────────────────────────────────────────────────────┬───────────────┐

│ Наименование лакокрасочного материала │Температура, °С│

├───────────────────────────────────────────────────────┼───────────────┤

│Перхлорвиниловые, поливинилацетальные,│ 105 +- 2 │

│нитроцеллюлозные, каучуковые, алкидно-акриловые и│ │

│полиакриловые, сополимерно-винилхлоридные,│ │

│водоразбавляемые, поливинилацетатные │ │

│ │ │

│Эпоксидные, меламиновые, алкидно- и масляно-стирольные │ 120 +- 2 │

│ │ │

│Битумные, канифольные, полиэфирные, фенольные,│ 140 +- 2 │

│карбамидные, полиуретановые, масляные, нефтеполимерные,│ │

│алкидные │ │

│ │ │

│Кремнийорганические │ 150 +- 2 │

└───────────────────────────────────────────────────────┴───────────────┘

**Приложение 3. (Введено дополнительно, Изм. N 3).**