



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

**ДСТУ EN 12802:202_
(EN 12802:2011, IDT)**

**Матеріали для дорожньої розмітки
ЛАБОРАТОРНІ МЕТОДИ ІДЕНТИФІКАЦІЇ**
(Проект, перша редакція)

**Київ
ДП «УкрНДНЦ»
202_**

ПЕРЕДМОВА

- 1 РОЗРОБЛЕНО: Державне підприємство «Державний дорожній науково-дослідний інститут імені М. П. Шульгіна» (ДП «ДерждорНДІ»), Технічний комітет стандартизації «Автомобільні дороги і транспортні споруди» (ТК 307)
 - 2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Державного підприємства «Український науково-дослідний і навчальний центр проблем стандартизації, сертифікації та якості» від «___»_____ 202_ р. № _____ з 202X–XX–XX
 - 3 Національний стандарт відповідає EN 12802:2011 «Road marking materials — Laboratory methods for identification» (Матеріали для дорожньої розмітки. Лабораторні методи ідентифікації) і внесений з дозволу CEN, Avenue Marnix 17, B-1000 Brussels. Усі права щодо використання європейських стандартів у будь-якій формі й будь-яким способом залишаються за CEN
- Ступінь відповідності — ідентичний (IDT)
- Переклад з англійської (en)
- 4 Цей стандарт розроблено згідно з правилами, установленими в національній стандартизації України
 - 5 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

**Право власності на цей національний стандарт належить державі.
Заборонено повністю чи частково видавати, відтворювати
здля розповсюдження і розповсюджувати як офіційне видання
цей національний стандарт або його частини на будь-яких носіях інформації
без дозволу ДП «УкрНДНЦ» чи уповноваженої ним особи**

ЗМІСТ

	С.
Національний вступ.....	VI
1 Сфера застосування.....	1
2 Нормативні посилання.....	1
3 Терміни та визначення понять.....	2
4 Відбір проб.....	3
5 Методи випробування.....	4
5.1 Загальні положення.....	4
5.2 Фарба.....	4
5.2.1 Густина.....	4
5.2.2 Вміст твердих речовин.....	4
5.2.3 Вміст та ідентифікація органічних сполук.....	4
5.2.4 Вміст та ідентифікація неорганічних сполук.....	4
5.2.5 Вміст діоксиду титану.....	4
5.2.6 Вміст скляних кульок.....	5
5.2.7 Вміст та ідентифікація розчинника.....	5
5.2.8 В'язкість.....	5
5.2.9 Вміст золи	5
5.3 Термопластики.....	5
5.3.1 Щільність.....	5
5.3.2 Вміст та ідентифікація органічних сполук.....	5
5.3.3 Вміст та ідентифікація неорганічних сполук.....	5
5.3.4 Вміст діоксиду титану.....	6
5.3.5 Вміст скляних кульок.....	6
5.3.6 Вміст золи.....	6
5.4 Холодні пластики.....	6
5.4.1 Щільність.....	6
5.4.2 Вміст та ідентифікація органічних сполук.....	6
5.4.3 Вміст та ідентифікація неорганічних сполук.....	6
5.4.4 Вміст діоксиду титану.....	6
5.4.5 Вміст скляних кульок.....	6
5.4.6 Вміст та ідентифікація розчинника.....	7
5.4.7 В'язкість.....	7
5.4.8 Вміст золи.....	7

прДСТУ EN 12802:202_

5.5	Готові вироби для дорожньої розмітки.....	7
5.6	Попередньо змішані скляні кульки.....	7
5.6.1	Гранулометрія.....	7
5.6.2	Коефіцієнт заломлення.....	7
5.6.3	Стійкість до води, соляної кислоти, хлориду кальцію та сульфїду натрію.....	7
5.6.4	Дефектні кульки.....	8
5.6.5	Поверхнева обробка.....	8
5.7	Розсипні матеріали.....	8
5.7.1	Розсипні скляні кульки.....	8
5.7.2	Розсипні протиковзні засоби.....	8
5.7.3	Суміш скляних кульок і протиковзних наповнювачів.....	9
5.8	Видхилення.....	9
6	Протокол випробувань.....	10
Додаток А (обов'язковий)	Фарба. Метод випробування для визначення вмісту твердих частинок.....	12
Додаток В (обов'язковий)	Фарби, холодні пластики та термопластики. Метод випробування для визначення вмісту та ідентифікації органічних сполук.....	14
Додаток С (обов'язковий)	Фарба, холодні пластики та термопластики. Метод випробування для визначення вмісту та ідентифікації неорганічних сполук.....	20
Додаток D (обов'язковий)	Фарби, холодні пластики та термопластики. Метод випробування для визначення вмісту діоксиду титану (IV) в неорганічній сполуці.....	23
Додаток Е (обов'язковий)	Фарби, холодні пластики та термопластики. Метод випробування для визначення вмісту скляних кульок..	28
Додаток F (обов'язковий)	Фарби і холодні пластики. Метод випробування для визначення вмісту та ідентифікації розчинників.....	30
Додаток G (обов'язковий)	Фарба. Метод випробування для визначення в'язкості (метод Кребс-Стормера).....	33
Додаток H (обов'язковий)	Фарби, холодні пластики та термопластики. Метод випробування для визначення вмісту золи	38
	Бібліографія.....	41

Додаток НА (довідковий)

Перелік національних стандартів України, ідентичних міжнародним стандартам, посилання на які є в цьому стандарті..... 42

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей національний стандарт ДСТУ EN 12802:20__ (EN 12802:2011, IDT) «Матеріали для дорожньої розмітки — Лабораторні методи ідентифікації», прийнятий методом перевидання (перекладу), — ідентичний щодо EN 12802:2011 «Road marking materials — Laboratory methods for identification».

Технічний комітет стандартизації, відповідальний за цей стандарт в Україні, — ТК 307 «Автомобільні дороги і транспортні споруди». Цей стандарт розроблено відповідно до чинного законодавства України.

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

— вилучено «Передмову» до EN 12802:2011 як таку, що безпосередньо не стосується технічного змісту цього стандарту;

— слова «цей європейський стандарт» замінено на «цей стандарт»;

— структурні елементи стандарту: «Титульний аркуш», «Передмову», «Зміст», «Національний вступ», першу сторінку, «Терміни та визначення понять» та «Бібліографічні дані» — оформлено згідно з вимогами національної стандартизації України;

— у розділі 2 «Нормативні посилання» наведено «Національне пояснення», виділене рамкою;

— долучено національний додаток НА (Перелік національних стандартів України, ідентичних міжнародним стандартам, посилання на які є в цьому стандарті).

Позначки одиниць фізичних величин відповідають комплексу стандартів ДСТУ ISO 80000.

Копії нормативних документів, на які є посилання в цьому стандарті, можна отримати в Національному фонді нормативних документів.

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

Матеріали для дорожньої розмітки
ЛАБОРАТОРНІ МЕТОДИ ІДЕНТИФІКАЦІЇ

Road marking materials
LABORATORY METHODS FOR IDENTIFICATION

Чинний від 202X-XX-XX

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт установлює лабораторні методи ідентифікації матеріалів, що використовуються для горизонтальної дорожньої розмітки. Якщо відсутня необхідність всі описані випробування не проводять.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

Наведені нижче нормативні документи необхідні для застосування цього стандарту. У разі датованих посилань застосовують тільки наведені видання. У разі недатованих посилань потрібно користуватись останнім виданням нормативних документів (разом зі змінами)

EN 1423, Road marking materials — Drop on materials — Glass beads, antiskid aggregates and mixtures of the two

EN 1424, Road marking materials — Premix glass beads

EN 1790, Road marking materials — Preformed road markings

EN 13459, Road marking materials — Sampling and testing

EN ISO 11890-2, Paints and varnishes — Determination of volatile organic compound (VOC) content — Part 2: Gas-chromatographic method (ISO 11890-2:2006)

EN ISO 15528, Paints, varnishes and raw materials for paints and varnishes — Sampling (ISO 15528:2000)

прДСТУ EN 12802:202_

ISO 5725-2, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

EN 1423 Матеріали для дорожньої розмітки. Матеріали для нанесення методом напилювання. Мікрокульки скляні, наповнювачі протиковзні та їхні суміші

EN 1424 Матеріали для дорожньої розмітки. Мікрокульки скляні світлоповертальні

EN 1790 Матеріали для дорожньої розмітки. Готові вироби для дорожньої розмітки

EN 13459 Матеріали для дорожньої розмітки. Відбір проб для зберігання та випробування

EN ISO 11890-2 Фарби та лаки. Визначення вмісту летких органічних сполук (ЛОС). Частина 2: Метод газової хроматографії» (ISO 11890-2:2006)

EN ISO 15528 Фарби, лаки та сировина для фарб і лаків. Відбирання проб (ISO 15528:2000)

ISO 5725-2 Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання. Частина 2. Основний метод визначення повторюваності і відтворюваності стандартного методу вимірювання

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

Нижче подано терміни, вжиті в цьому стандарті, та визначення позначених ними понять.

3.1 фарби

рідкий продукт, що містить в'язучі, пігменти, наповнювачі, розчинники та добавки

Примітка. Він може поставлятися в одно- або багатокomпонентних системах. При застосуванні він утворює щільну плівку шляхом випаровування розчинника та хімічної реакції.

3.2 холодні пластики

в'язкі продукти, що поставляються у дво- або багатокomпонентних системах (принаймні один основний компонент і затверджувач) і не містять розчинників

Примітка. Когезійна плівка утворюється після змішування всіх компонентів тільки в результаті хімічної реакції. Після закінчення реакції рідина стає твердою.

3.3 термопластики

маркувальна речовина, що не містить розчинників, поставляється у вигляді блоку, гранул або порошку

Примітка. Нагрівають до розплавленого стану і потім наносять. Після охолодження утворюється щільна плівка.

4 ВІДБІР ПРОБ

Зразки, що представляють кожен компонент матеріалу, відбирають зі складу перед застосуванням відповідно до EN 13459. Більш дрібні репрезентативні зразки, в кількості, достатній для проведення всіх необхідних випробувань, відбираються з більших зразків. Для фарб та холодних пластиків відбирають приблизно 1 л основного компонента.

Що стосується термопластику у вигляді порошку, то приймається достатня кількість відповідно до EN 13459, щоб його можна було розплавити в металевій ємності та перемішати до однорідної маси. Після охолодження та заливки в тверді листи чи блоки, для випробування відбирають репрезентативні зразки однорідного твердого матеріалу вагою приблизно 1 кг.

5 МЕТОДИ ВИПРОБУВАНЬ

5.1 Загальні положення

Стандартні методи випробування перераховані в 5.2 — 5.4.

Альтернативні кількісні аналітичні методи випробувань можуть використовуватися за умови, що:

— отримані значення порівняні зі значеннями, отриманими за стандартними методами;

— відтворюваність альтернативних методів, визначених відповідно до ISO 5725-2, може виявитися не нижче відтворюваності методів, наведених в цьому стандарті.

5.2 Фарба

5.2.1 Густина

Густину фарби визначають за допомогою методу, визначеного в EN ISO 2811-1, або альтернативним методом відповідно до 5.1.

5.2.2 Вміст твердих речовин

Вміст твердих речовин у фарбі, виражений у відсотках, визначають, використовуючи або метод описаний у Додатку А, або альтернативний метод відповідно до 5.1.

5.2.3 Вміст та ідентифікація органічних сполук

Тип органічних сполук та їх вміст у фарбі, виражений у відсотках, визначають використовуючи або метод, описаний у Додатку В, або альтернативний метод відповідно до 5.1.

5.2.4 Вміст та ідентифікація неорганічних сполук

Тип неорганічних сполук та їх вміст у фарбі, виражений у відсотках, визначають використовуючи або метод, описаний у Додатку С, або альтернативний метод відповідно до 5.1.

5.2.5 Вміст діоксиду титану

Вміст діоксиду титану в неорганічній сполуці фарби, виражений у відсотках, визначають використовуючи або метод, описаний у Додатку D,

або альтернативний метод відповідно до 5.1.

5.2.6 Вміст скляних кульок

Вміст скляних кульок у фарбі, виражений у відсотках, визначають використовуючи або метод, описаний в Додатку Е, або альтернативний метод відповідно до 5.1.

5.2.7 Вміст та ідентифікація розчинника

Тип розчинника та його вміст у фарбі, виражений у відсотках, визначають за допомогою будь-якого методу, описаного у Додатку F, або альтернативним методом відповідно до 5.1.

5.2.8 В'язкість

В'язкість фарби визначають за допомогою методу, описаного в Додатку G, або альтернативним методом відповідно до 5.1.

5.2.9 Вміст золи

Вміст золи у фарбі визначають за допомогою методу, описаного в Додатку H, або альтернативним методом відповідно до 5.1.

5.3 Термопластики

5.3.1 Щільність

Щільність термопластиків визначають за допомогою методу, описаного в EN ISO 2811-2, або альтернативним методом відповідно до 5.1.

5.3.2 Вміст та ідентифікація органічних сполук

Тип органічних сполук та їх вміст у термопластику, виражений у відсотках, визначають з використанням методу, описаного в Додатку В, або альтернативного методу відповідно до 5.1.

5.3.3 Вміст та ідентифікація неорганічних сполук

Тип неорганічних сполук та їх вміст у термопластику, виражений у відсотках, визначають з використанням методу, описаного в Додатку С, або альтернативного методу відповідно до 5.1.

5.3.4 Вміст діоксиду титану

Вміст діоксиду титану в неорганічній сполуці термопластику, виражений у відсотках, визначають або методом, описаним у Додатку D, або альтернативним методом відповідно до 5.1.

5.3.5 Вміст скляних кульок

Вміст скляних кульок в термопластику, виражений у відсотках, визначають або методом, описаним у Додатку E, або альтернативним методом відповідно до 5.1.

5.3.6 Вміст золи

Вміст золи в термопластиках визначають за допомогою методу, описаного в Додатку H, або альтернативним методом відповідно до 5.1.

5.4 Холодні пластики

5.4.1 Щільність

Щільність холодних пластиків визначають за допомогою методу, описаного в EN ISO 2811-2, або альтернативним методом відповідно до 5.1.

5.4.2 Вміст та ідентифікація органічних сполук

Тип органічних сполук та їх вміст у холодних пластиках, виражених у відсотках, визначають з використанням методу, описаного в Додатку B, або альтернативним методом відповідно до 5.1.

5.4.3 Вміст та ідентифікація неорганічних сполук

Тип неорганічних сполук та їх вміст у холодних пластиках, виражений у відсотках, визначають з використанням методу, описаного в Додатку C, або альтернативним методом відповідно до 5.1.

5.4.4 Вміст діоксиду титану

Вміст діоксиду титану в неорганічній сполуці холодних пластиків, виражений у відсотках, визначають або методом, описаним у Додатку D, або альтернативним методом відповідно до 5.1.

5.4.5 Вміст скляних кульок

Вміст скляних кульок в холодних пластиках, виражений у відсотках,

визначають або методом описаним у Додатку Е, або альтернативним методом відповідно до 5.1.

5.4.6 Вміст та ідентифікація розчинника

Тип розчинника та його вміст у холодних пластиках, виражених у відсотках, визначають за допомогою методу, описаного у Додатку F, або альтернативним методом відповідно до 5.1.

5.4.7 В'язкість

В'язкість холодних пластиків визначають за допомогою методу, встановленого в EN ISO 2555 за допомогою віскозиметру типу А або альтернативним методом відповідно до 5.1.

5.4.8 Вміст золи

Вміст золи у холодних пластиках визначають методом, описаним у Додатку Н, або альтернативним методом відповідно до 5.1.

5.5 Готові вироби для дорожньої розмітки

Методи ідентифікації готових виробів для дорожньої розмітки викладені в EN 1790.

5.6 Попередньо змішані скляні кульки

5.6.1 Гранулометрія

Гранулометрію скляних кульок визначають методом, встановленим в EN 1424.

5.6.2 Коєфіцієнт заломлення

Клас за коефіцієнтом заломлення скляних кульок визначають методом, встановленим в EN 1424.

5.6.3 Стійкість до води, соляної кислоти, хлориду кальцію та сульфід натрію

Скляні кульки не повинні утворювати помутніння або потьмяніння поверхні при контакті з будь-якою з наступних речовин: вода, соляна кислота, хлорид кальцію та сульфід натрію, використовуючи метод, встановлений в EN 1423.

5.6.4 Дефектні кульки

Відсоток дефектних скляних кульок визначають методом, встановленим в EN 1424.

5.6.5 Поверхнева обробка

Поверхневу обробку скляних кульок визначають методом, визначеним в EN 1424.

5.7 Розсипні матеріали

5.7.1 Розсипні скляні кульки

5.7.1.1 Гранулометрія

Гранулометрію скляних кульок визначають методом, встановленим в EN 1423.

5.7.1.2 Коефіцієнт заломлення

Клас за коефіцієнтом заломлення скляних кульок визначають методом, встановленим в EN 1423.

5.7.1.3 Стійкість до води, соляної кислоти, хлориду кальцію та сульфід натрію

Скляні кульки не повинні утворювати помутніння або потьмяніння поверхні при контакті з будь-якою з наступних речовин: вода, соляна кислота, хлорид кальцію та сульфід натрію, використовуючи метод, встановлений в EN 1423.

5.7.1.4 Дефектні кульки

Відсоток дефектних скляних кульок визначають методом, визначеним в EN 1423.

5.7.1.5 Поверхнева обробка

Поверхневу обробку скляних кульок визначають методами, встановленими в EN 1423.

5.7.2 Розсипні протиковзні наповнювачі

5.7.2.1 Коефіцієнт сипкості

Коефіцієнт сипкості протиковзних наповнювачів визначають методом,

встановленим в EN 1423.

5.7.2.2 Гранулометрія

Гранулометрію протиковзних наповнювачів визначають методом, встановленим в EN 1423.

5.7.2.3 Координати колірності та коефіцієнт яскравості

Якщо протиковзний наповнювач не прозорий, координати колірності та коефіцієнт яскравості визначають за допомогою методу, встановленого в EN 1423.

5.7.3 Суміш скляних кульок і протиковзних наповнювачів

У суміші скляних кульок та протиковзних наповнювачів, скляні кульки повинні відповідати EN 1423 та протиковзні наповнювачі повинні відповідати EN 1423. Випробування скляних кульок і протиковзних наповнювачів проводять окремо, перед змішуванням.

5.8 Відхилення

Відхилення наведені в таблиці 1.

При первинному випробуванні матеріалу застосовують відхилення, заявлені виробником щодо показників випробуваних властивостей та початкові результати випробувань повинні знаходитися в межах відхилень, зазначених в таблиці 1.

Якщо показники знаходяться у межах відхилень, враховуються значення, попередньо заявлені виробником.

Якщо показники знаходяться за межами відхилень, є чотири варіанти:

- виробник може прийняти рішення про припинення випробування;
- за домовленістю між учасниками випробування можна повторити з тими ж зразками;
- за домовленістю між учасниками випробування можна повторити з новими зразками;
- за домовленістю між учасниками виробник може переглянути заявлені значення;

прДСТУ EN 12802:202_

Для повторної ідентифікації матеріалу може не знадобитися випробування усіх показників. Довідкові показники для перевірки властивостей повинні бути заявлені виробником.

Таблиця 1 — Відхилення

Параметр	Максимальне відносне відхилення	Максимальне абсолютне відхилення
Вміст твердих речовин	—	± 2
Щільність	— — —	Фарба: ± 0,04 г/см ³ Холодний пластик: ± 0,06 г/см ³ Термопластик: ± 0,1 г/см ³
Органічні компоненти	10 %	± 2
Карбонат кальцію		± 3
Неорганічні компоненти	—	± 3
Диоксид титану	Для концентрації TiO ₂ ≥ 10 % Толерантність = 10 %	Для концентрацій TiO ₂ ≤ 10 % Толерантність = ± 1
Скляні кульки*	20 %	± 5
Вміст розчинника		± 3
В'язкість	Холодний пластик: 20 %	Фарба: ± 10 од
Вміст золи	—	± 3
* Експериментальні показники застосовуються лише в тому випадку, якщо вміст скляних кульок становить ≥ 10 %. Неможливо встановити відхилення, якщо відсоток скляних кульок менше ніж 10 %.		

Примітка. Оцінюючи ідентичність двох інфрачервоних спектрів, необхідно перевірити, чи є всі пікові значення поглинання/пропускання, або є додаткові показники, які виділяються, суттєво відрізняючись від базового рівня. Відносні рівні висот між вершинами спектрограми не повинні суттєво відрізнятися.

6 ПРОТОКОЛ ВИПРОБУВАННЯ

Після закінчення випробувань складають протокол випробування. Протокол випробування повинен містити щонайменше: посилання на цей стандарт та метод випробування (від Додатка А до Додатка Н); критичні

умови випробування; результати (як зазначено у відповідному методі випробування) та пов'язані з ними невизначеності (якщо застосовуються).

Додаток А

(обов'язковий)

**ФАРБА. МЕТОД ВИПРОБУВАННЯ ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ
ТВЕРДИХ РЕЧОВИН**

А.1 Принцип

Леткі компоненти фарби випаровують за температури 105 °С. Залишкові тверді речовини зважують, а вміст твердих речовин розраховують.

А.2 Обладнання

- а) Охолоджувальне обладнання, холодильник або водяна баня з термостатом з температурою приблизно 10 °С;
- б) порцеляновий посуд діаметром від 40 мм, висотою від 20 мм до 30 мм;
- в) аналітичні ваги з точністю 0,001 г, з нульовою точкою корекції;
- г) сушильна шафа з примусовою вентиляцією свіжого повітря, з вогнестійким обладнанням здатним нагріватися до температури (105 ± 2) °С;
- д) ексикатор із сушильним матеріалом, наприклад, силікагель.

А.3 Реагенти

Розріджувач, що складається з відповідного розчинника/розріджувача, який рекомендує виробник.

А.4 Порядок проведення

А.4.1 Проводять два визначення.

А.4.2 Позначають порцелянові тарілки цифрами. Записують масу порожніх тарілок (L) з точністю до 0,001 г.

Поміщають в тарілку ложкою приблизно 2 г однорідної фарби, попередньо охолодженої до температури 10 °С. Зважують з точністю до 0,001 г (маса M_1).

A.4.3 Ставлять тарілки, що містять зразок, у шафу для нагрівання, встановлюючи температуру (105 ± 2) °C і тримають там щонайменше 3 год або до досягнення постійної маси. Постійна маса досягається, якщо зразок перебуває у шафі ще 1,5 години, і втрата маси становить менше ніж 0,2 % від початкової маси. Після цього зразок охолоджують в ексікаторі до кімнатної температури та зважують з точністю до 0,001 г.

A.5 Результат випробування

Відсоток вмісту твердих речовин фарби за масою, S , обчислюють за наступною формулою:

$$S = \frac{100 \cdot (M_2 - L_S)}{M_1 - L_S} \quad (\text{A.1})$$

де M_1 — початкова маса фарби разом з порожньою тарілкою, грам;

M_2 — кінцева маса твердої речовини разом з тарілкою, грам;

L — маса порожньої тарілки, грам.

Якщо результати окремих визначень відрізняються більш ніж на 0,5 % за масою, процедуру повторюють. Середнє значення двох окремих результатів повинно бути пораховано, а вміст твердих речовин — заокруглюють до 0,1 % за масою.

Додаток В

(обов'язковий)

**ФАРБА, ТЕРМОПЛАСТИКИ ТА ХОЛОДНІ ПЛАСТИКИ.
МЕТОД ВИПРОБУВАННЯ ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ТА
ІДЕНТИФІКАЦІЇ ОРГАНІЧНИХ СПОЛУК**

В.1 Принцип

Відокремлення в'язучого, нерозчинних органічних та неорганічних сполук від зразка шляхом екстракції розчинником, центрифугування та спалювання. Тип в'язучого фарби та термопластика визначають ІR-спектрами за допомогою гранул бромиду калію (KBr) або методом вікна.

Тип в'язучого холодного пластику визначають відповідно до EN ISO 11890-2, Paints and varnishes — Determination of volatile organic compound (VOC) — Part 2: Gaschromatographic method (ISO 11890-2:2006)

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

EN ISO 11890-2 Фарби та лаки. Визначення вмісту летких органічних сполук (ЛОС). Частина 2: Метод газової хроматографії (ISO 11890-2:2006)

Неорганічні сполуки зберігаються для подальшого ІR-дослідження (Додаток С), визначення вмісту діоксиду титану (Додаток D) та вмісту скляних кульок (Додаток E).

В.2 Обладнання

- а) високошвидкісна центрифуга, хв. 10 000 g¹);
- б) ємності центрифуги, сталеві миски або скляні трубки, кожна місткістю 80 см³ ;
- с) шпатель;

Примітка. 1) g дорівнює 9,81 м/с².

- d) сушильна шафа з примусовою вентиляцією, здатна нагріватися до температури (105 ± 10) °C;
- e) роторний випарник;
- f) скляна колба, ємністю 500 мл, зі звуженою скляною горловиною;
- g) інфрачервоний спектрометр, що автоматично реєструє IR випромінювання, діапазоном від 4000 см^{-1} до 400 см^{-1} , з оптичною роздільною здатністю більше ніж 5 см^{-1} по всьому спектральному діапазону з використанням ординати зі шкалою від 0 % до 100 % передачі.
- h) аналітичні ваги з точністю 0,001 г, з нульовою точкою корекції;
- i) дві колби Ерленмайера з жароміцного скла, ємністю 25 мл або 300 мл;
- j) електрична муфельна піч, що регулюється до температури (450 ± 25) °C;
- k) ексикатор із сушильним матеріалом, наприклад, силікагелем;
- l) ультразвуковий розподільник або аналогічний пристрій.

В.3 Використання розчинників

Якщо постачальник не вказав інше, то застосовують такі розчинники:

- для фарб, що містять органічні розчинники: суміш трьох частин толуолу до однієї частини ацетону за об'ємом;
- для водних фарб: тетрагідрофуран;
- для термопластиків: суміш трьох частин толуолу до однієї частини ацетону за об'ємом або метилетилкетон;
- для холодних пластиків: етилацетат;
- ацетон.

В.4 Порядок проведення

В.4.1 Відокремлення в'язучого

Ємності центрифуги зважують з точністю до 0,01 г (W_1). Зважують зразок матеріалу приблизно не менше ніж 10 г з точністю до 0,01 г разом з мискою (W_2).

прДСТУ EN 12802:202_

Частину однорідного маркувального матеріалу поміщають в ємність центрифуги. Додають приблизно 25 мл відповідного розчинника (див. В.3). Ємність закривають пробкою, тільки для термопластику, залишають на ніч. Витримавши, ретельно розмішують вміст ємності шпателем і центрифугують суміш при 10 000 г до 15 000 г протягом 20 хв. Рідину зливають у скляну колбу. Твердий залишок розбавляють 25 мл розчинника, перемішують шпателем, промивають і знову центрифугують. Процедуру повторюють тричі або поки надосадова рідина не стане прозорою. На третій раз використовують леткий розчинник (наприклад, ацетон).

Ємності центрифуги, що містять твердий залишок, витримують на повітрі протягом 5 хв та просушують у шафі для нагрівання приблизно 2 год.

Ємності охолоджують в ексікаторі, потім зважують їх з точністю до 0,01г (W_3).

Для досягнення дисперсії роблять екстракцію тетрагідрофураном і центрифугують при низькій швидкості - приблизно 1000 г, оскільки на більшій швидкості можливе вилітання високомолекулярних компонентів в'язучого.

В.4.2 Підготовка спектрів

Роблять концентрований розчин, отриманий відповідно до В.4.1, обсягом приблизно до 20 мл у скляній колбі об'ємом 500 мл у ротаційному випарнику.

Для отримання IR-спектру в'язучого матеріалу дорожньої розмітки використовують розчини, отримані відповідно до В.4.2. Рівномірно покривають вікно кюветки або гранули броміду калію (KBr) (далі по тексту "гранули") зразком розчину.

Занурюють попередньо підготовлену гранулу в рідину, отриману шляхом екстракції, і рівномірно наносять на неї зразок розчину. Коли розчинник випаровується, гранулу оглядають, щоб переконатися, що плівка, яка утворилася на ній - рівномірна і однорідна. Не повинно бути

неоднорідності або розшарування. Для того, щоб повністю видалити розчинник, гранули з покриттям зберігають у шафі, що прогривається за температури (60 ± 2) °С, до тих пір, поки не зникнуть залишки розчинника.

Гранулу поміщають в утримувач зразків ІR-спектрометра і записують показники ІR-спектру. Відслідковують референтні значення.

Якщо інтенсивність спектру занадто слабка, гранулу занурюють в розчин вдруге, висушують її і повторюють випробування. Процедуру повторюють до тих пір, поки не буде створено спектр, в якому найсильніші смуги мають інтенсивність від 5 % до 15 % прозорості. Якщо інтенсивність надто сильна, розбавляють відповідним розчинником.

Записують показники спектра таким чином, щоб найсильніші поглинання мали прозорість між 5 % і 15 %.

Товщина плівки, придатна для оцінки спектрів, повинна визначатися емпірично.

В.4.3 Обробка твердих речовин

Тверді речовини при поділі можуть містити нерозчинні органічні сполуки. Вони перетворюються на золу за температури (450 ± 25) °С в муфельній печі і визначається втрата маси. Залишок золи використовується для визначення вмісту діоксиду титана у Додатку D (початкова маса M_4) та неорганічних сполук у Додатку С.

Проводять два визначення.

Порожню колбу зважують з точністю до 0,001 г (W_4), залишок з ємності центрифуги поміщають в колбі безпосередньо в муфельну піч і підвищують температуру поступово до (450 ± 25) °С. Колбу залишають у печі не менше ніж на 2 год або до отримання постійної маси. Колбу, що містить залишки, виймають, охолоджують в ексикаторі і повторно зважують (W_5).

Примітка. Визначення потрібно проводити у справно функціонуючій витяжній шафі.

В.4.4 Обробка рідини

Порожню колбу зважують з точністю до 0,001 г (W_6).

V_1 — загальний об'єм рідини, отриманої відповідно до В.4.1.

Беруть невелику частину іншої фази рідини, отриманої відповідно до В.4.1(V_2). Для того, щоб зрештою отримати від 1 до 3 грамів в'язучого, поміщають колбу на плиту для нагрівання до температури 60 °С під вентиляцією. Продовжують випаровування до отримання постійної маси (W_7). Обережно охолоджують колбу перед кожним зважуванням.

В.5 Результати випробування

Вміст в'язучого за масою (B) визначається за наступною формулою для холодного пластику, термопластиків і фарби.

$$B = \frac{W_7 - W_6}{W_8} \cdot 100 \quad (\text{B.1})$$

де

$$W_8 = \frac{(W_2 - W_1) \cdot V_2}{V_1} \quad (\text{B.2})$$

Відсоток в'язучого + розчинника за масою, $B + SC$, можна визначити (лише для інформації), використовуючи наступну формулу для термопластиків та реактивних матеріалів:

$$B + SC = \frac{100(W_2 - W_3)}{W_2 - W_1} \quad (\text{B.3})$$

де W_1 — маса порожньої ємності центрифуги, грам;

W_2 — маса ємності разом із зразком, грам;

W_3 — маса ємності разом з залишками, грам.

Відсоток вмісту *неорганічних сполук* за масою, I , визначається за наступною формулою:

$$I = \frac{100(W_5 - W_4)}{W_2 - W_1} \quad (\text{B.4})$$

Відсоток *вмісту в'язучого* за масою, B , можна також визначити за наступною формулою для фарб і холодних пластиків:

$$B = S - (I + IC) \quad (\text{B.5})$$

S — вміст твердих речовин, отриманий відповідно до Додатку А.

Якщо результати окремих визначень вмісту в'язучого або вмісту неорганічних сполук відрізняються більш ніж на 0,5 % за масою від середнього значення, процедуру повторюють. Середнє значення двох окремих результатів обчислюють і вміст в'язучого закруглюють до 0,1 % за масою.

Відсоток вмісту *нерозчинних органічних сполук* (IC) визначають за формулою:

$$IC = 100 - (I + B + SC) \quad (\text{B.6})$$

Додаток С

(обов'язковий)

**ФАРБА, ТЕРМОПЛАСТИКИ ТА ХОЛОДНІ ПЛАСТИКИ.
МЕТОД ВИПРОБУВАННЯ ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ТА
ІДЕНТИФІКАЦІЇ НЕОРГАНІЧНИХ СПОЛУК**

С.1 Принцип

Для визначення використовують неорганічні сполуки, отримані відповідно до В.4.3.

У разі вмісту скляних кульок та протиковзних наповнювачів, пігменти та наповнювачі відокремлюють через стандартне сито з розміром вічка 0,090 мм.

Пігменти та наповнювачі визначають ІR-аналізом за допомогою гранул KBr.

Крім того, вони використовуються для визначення вмісту діоксиду титану, як описано у Додатку D.

Для визначення карбонатів, виражених у вигляді карбонату кальцію, частину залишку, отриманого відповідно до В.4.3, нагрівають у печі до температури 1000 °С. Втрату маси використовують для розрахунку вмісту карбонату.

С.2 Обладнання

- a) аналітичні ваги з точністю 0,001 г, з нульовою точкою корекції;
- b) стандартне сито з днищем, розмір вічка 0,090 мм;
- c) агатова ступка і товкач;
- d) ексикатор із сушильним матеріалом, наприклад, силікагелем;
- e) інфрачервоний спектрометр, що автоматично реєструє ІЧ випромінювання діапазоном від 4000 см⁻¹ до 400 см⁻¹;
- f) прес;
- g) пресформа для виготовлення гранул;

h) електрична муфельна піч, здатна нагріватися до температури $(1000 \pm 20) ^\circ\text{C}$;

i) порцелянові миски.

С.3 Реагент

Бромід калію хроматографічної якості.

С.4 Порядок проведення

Проводять два визначення.

С.4.1 У разі вмісту скляних кульок та протиковзних наповнювачів, відокремлюють пігменти та наповнювачі через стандартне сито з днищем, розмір вічка 0,090 мм.

Подрібнюють пігменти та наповнювачі до порошкоподібного стану в агатовій ступці. Це повинна бути однорідна суміш, яка є репрезентативною складу неорганічних сполук у зразках.

Беруть репрезентативний зразок необхідної кількості і змішують цей зразок в агатовій ступці з приблизно 20 мг KBr для отримання гранул із суміші. Записують IR-спектр гранул. Записані показники спектру зберігають для довідки.

Якщо гранули не використовуються одразу для запису IR-спектру, їх тримають над сушильним приладом в ексікаторі.

Показники спектру записують таким чином, щоб найсильніші смуги поглинання мали пропускання від 5 % і до 15 %. Якщо інтенсивність поглинання не лежить в межах цього діапазону, визначають кількість зразка, потрібного для оцінки емпіричним шляхом та записують показники нового спектру.

С.4.1 Визначення вмісту карбонатів

Зважують порцелянову миску (M_0), додають від 3 г до 6 г залишку, отриманого відповідно до В.4.3, і зважують ще раз (M_1). Миску нагрівають в електричній муфельній печі протягом 2 год за температури $(1000 \pm 20) ^\circ\text{C}$, потім виймають її і дають їй охолонути в ексікаторі, переважують її (M_2).

С.5 Розрахунок та вираження результатів (вміст карбонату у складі неорганічної сполуки)

Результат виражають середнім арифметичним двох вимірювань, обчисленим у відсотках від початкової маси $M_1 - M_0$ тестової порції, використовуючи формулу:

$$\frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} \cdot 100 \cdot 2,274 \quad (\text{С.1})$$

2,274 = стехіометричний коефіцієнт.

Додаток D

(обов'язковий)

**ФАРБА, ТЕРМОПЛАСТИКИ ТА ХОЛОДНІ ПЛАСТИКИ.
МЕТОД ВИПРОБУВАННЯ ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ДІОКСИДУ
ТИТАНУ (IV) У НЕОРГАНІЧНИХ СПОЛУКАХ****D.1 Принцип**

Неорганічні сполуки (отримані відповідно до Додатку B) розчиняють у концентрованій сірчаній кислоті та у сульфаті амонію. Потім Ti(IV) витісняється алюмінієм за процедурою Rahm¹ і визначають титруванням Fe(III) розчину, в якості індикатора використовується тіоціанат калію.

D.2 Обладнання

- a) аналітичні ваги з точністю 0,001 г, з нульовою точкою корекції;
- b) ексікатор із сушильним матеріалом, наприклад, силікагелем;
- c) дві колби з термостійкого скла з маленькою горловиною та пробкою (45/40), ємністю від 250 мл до 300 мл;
- d) піщана ванна, температура якої регулюється до 300 °С;
- e) водяна баня для охолодження реакційної суміші;
- f) бюретка, з політетрафлуоретиленовою пробкою, регулюванням нульової точки та пляшкою для зберігання ємністю 50 мл та градуванням 0,1 мл;
- g) контактний клапан Геккеля зі стандартним заземленням 45/40;
- h) пляшка з розпилювачем для дистильованої води.

D.3 Реагенти

- a) сірчана кислота, концентрована р.а. (H₂SO₄) щільністю 1,84 г/мл;
- b) сульфат амонію [(NH₄)₂SO₄];
- c) соляна кислота (HCl 25 %);

Примітка. 1 J.A. Rahm – Anal. Chem – 24, 1832 (1952)

прДСТУ EN 12802:202_

- d) алюмінієва смужка р.а. (Al);
- e) сульфат заліза (III) амонію $\{[(\text{NH}_4) \text{Fe} (\text{SO}_4)_2]_{12}\text{H}_2\text{O}\}$ у H_2SO_4 ;
- f) тіоціанат калію (калій роданід) (KSCN);
- g) гідрокарбонат натрію (NaHCO_3);
- h) діоксид титану (IV) та (TiO) як основний стандарт для встановлення коефіцієнта розчину сульфату заліза (III) амонію;
- i) скляні кульки.

D.4 Приготування розчинів

D.4.1 Змішування кислоти: 500 г сульфату амонію розчиняють під нагріванням у 740 мл концентрованої сірчаної кислоти р.а.

D.4.2 Розчин сульфату заліза (III) амонію: 30,7 г $[(\text{NH}_4)\text{Fe}(\text{SO}_4)_2]_{12}\text{H}_2\text{O}$ розчиняють у дистильованій воді; додають 25 мл концентрованої сірчаної кислоти до розчину і заливають дистильованою водою до 1000 мл. Молярна маса розчину має становити 0,064.

Коефіцієнт розчину встановлюється за допомогою TiO_2 як основного стандарту (1 мл розчину сульфату заліза (III) амонію еквівалентно 5 087 мг TiO_2). Для цього розчиняють приблизно 0,15 г запаленого TiO_2 р.а. приблизно 15 мл павленої кислоти. Метод продовжують відповідно до D.5.2 та D.5.3.

D.4.3 Розчин тіоціанату калію: 10 % розчин тіоціанату калію в дистильованій воді (10 г KSCN + 90 г дистильованої води).

D.4.4 Розчин гідрокарбонату натрію: роблять насичений розчин гідрокарбонату натрію шляхом додавання 100 г NaHCO_3 р.а. на 1 л дистильованої води. Після розчинення NaHCO_3 фільтрують розчин так, щоб газова трубка в клапані Геккеля не засмічувалась надлишками солі.

D.5 Порядок проведення

D.5.1 Загальні положення

Проводять два визначення.

D.5.2 Приготування зразка та витіснення TiO_2

Для визначення масової частки діоксиду титану (TiO_2) в неорганічних сполуках одного компонента (або основного компонента багатоконпонентної системи) використовують залишок золи зразка, отриманий відповідно до Додатку В і зберігають у вологостійкому місці.

При наявності відбиваючих матеріалів або протиковзних наповнювачів рекомендується шліфувати їх для покращення однорідності.

Зважують кількість залишку золи (M_4), отриманого відповідно до В.4.3, і поміщають його у розчин з 10 мл дистильованої води і випаровують воду у піщаній ванні. (Це попереднє зволоження призначене для переробки неорганічних складових). Додають 25 мл плавленої кислоти. Залишок золи плавлять протягом не менше ніж 10 хв, доводячи до кипіння у піщаній ванні разом зі скляними кульками. Після охолодження спочатку додають 50 мл розведеної соляної кислоти (HCl), а потім 2 г алюмінієвої (Al) смужки до суміші. Колбу негайно закривають клапаном Геккеля, наповненим насиченим розчином гідрокарбонату натрію ($NaHCO_3$).

Примітка 1. У клапані Геккеля не повинно бути твердого залишку для уникнення блокування трубки з газом, оскільки апарат може вибухнути через утворений газ.

Примітка 2. Кислоти у колбі розчиняють алюміній з виділенням водню. Поблизу колби не повинно бути відкритого полум'я.

Коли алюміній реагує з кислотою, титан (IV) переходить у титан (III). Якщо не утворюється газ, відновлювальну суміш ретельно прогривають. Як тільки утворюється газ, сповільнюють і контролюють реакцію охолодження колби на водяній бані. Коли колба охолоне, в неї може всмоктуватися гідрокарбонат натрію з клапана Геккеля з подальшим виділенням вуглекислого газу, який є захисним газом. Титан (III) чутливий до окислення, а також окислюється атмосферним киснем. З метою запобігання неконтрольованому окисленню титану (III), в колбу не допускається потрапляння кисню. Тому клапан Геккеля повинен зберігатися завжди наповненим розчином гідрокарбонату натрію. Після того, як алюміній

прДСТУ EN 12802:202_

значною мірою розчинився, обережно доводять суміш до кипіння і кип'ять до тих пір, поки весь алюміній не розчиниться. Ретельно охолоджують колбу у водяній ванні, під час охолодження розчин колби гідрокарбонату натрію всмоктується в колбу, що забезпечує її наповнення захисним вуглекислим газом (CO₂).

Примітка 3. Злиття залишків у колбі з концентрованою сірчаною кислотою повинно здійснюватись згідно процедури відновлення у справній витяжній шафі.

D.5.3 Титрування

Після того, як відновлювальна суміш охолоне, знімають клапан Геккеля з колби, промивають клапан і колбу невеликою кількістю дистильованої води.

Примітка. Під час цього та подальшого титрування доцільно перемістити захисний газ (CO₂, N₂ або інертний газ) у колбу.

До розчину додають приблизно 5 мл розчину тіоціанату калію, який є фіолетовим через реакції витіснення. Проводять титрування розчином сульфату заліза (III) амонію. До кінця титрування реакція відбувається повільніше, тому додають розчин титрування поступово - по краплях. Кінцевою точкою є слабке червоно-коричневе забарвлення, яке залишилося щонайменше 1 хв. Відраховують залишок розчину сульфату заліза (III) амонію, який був необхідний для виявлення кінцевої точки (наприклад, 0,05 мл) від кількості витраченого розчину. Записують об'єм титруючого розчину (V) в мілілітрах.

D.5.4 Результат випробування

Масовий відсоток TiO₂, T, обчислюється із споживання розчину сульфату заліза (III) амонію за наступною формулою:

$$T = \frac{100(V \cdot N \cdot F)}{M_4} \quad (D.1)$$

де V — об'єм розчину сульфату заліза (III) амонію, мілілітр;
M₄ — початкова маса матеріалу;
N — еквівалент TiO₂ розчину сульфату заліза (III) амонію;

F — є фактором, якщо він є, розчину сульфату заліза (III) амонію.

Якщо результати окремих визначень відрізняються одне від одного більш ніж на 0,5 % за масою, процедуру повторюють. Вміст діоксиду титану (IV) обчислюють як середнє значення двох окремих результатів, заокруглене до найближчого 0,1 % за масою.

Примітка. Фотометричний, потенціометричний та інфрачервоний методи добре співвідносяться з цим методом випробувань.

Додаток Е

(обов'язковий)

**ФАРБА, ТЕРМОПЛАСТИКИ ТА ХОЛОДНІ ПЛАСТИКИ. МЕТОД
ВИПРОБУВАНЬ ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ СКЛЯНИХ КУЛЬОК**

Е.1 Принцип

Із залишку золи (за температури 400 °С) вміст скляних кульок визначають методом поділу за щільністю на хлорформні/бромформні суміші.

Е.2 Обладнання

- а) аналітичні ваги з точністю 0,001г, з нульовою точкою корекції;
- д) електрична муфельна піч, здатна нагріватись до температури (400 ± 20) °С;
- с) порцелянові миски.

Е.3 Реагент

- а) хлороформ (трихлорметан);
- б) бромформ (трибромометан);
- с) соляна або азотна кислота;
- д) миючий засіб.

Е.4 Порядок проведення

1) У чашку кладуть матеріал масою приблизно 20 г (M_1) і випалюють розчинник та в'язуче.

2) Нагрівають його в муфельній печі за температури 400 °С, поки не відбудеться видалення вуглецю (приблизно 3 год).

3) Залишок переносять у склянку ємністю 400 мл і розчиняють частини карбонату кальцію в 4 мл азоту або соляної кислоти (якщо немає карбонату кальцію, цей етап пропускають).

4) Увесь розчин переносять у склянку ємністю 2000 мл, розбавляють водою до 1800 мл, додають 1 або 2 краплі миючого засобу (це дозволить

видалити частини пігментів, які іноді затримуються на зразках) і перемішують скляною паличкою. Чекають приблизно 2 хв, щоб скляні кульки осіли (у цей час пігменти все ще диспергуються).

5) Обережно відливають близько 1500 мл суспензії, щоб уникнути втрати кульок, і додають 1500 мл води ще раз.

6) Повторюють крок 5 (тепер без миючого засобу), поки надсадова рідина не стане прозорою.

7) Висушують залишок.

8) Тепер можна видалити (частину) скляних кульок за допомогою оглядового скла.

9) Решту переносять у розділову пічку і додають хлороформ. Далі додають порції бромформу, доки не почнеться відокремлення протиковзних наповнювачів від скляних кульок. Залежно від щільності, скляні кульки або протиковзні наповнювачі піднімаються вгору (принаймні можна зібрати скляні кульки). Необхідно бути обережним: якщо додається надлишок бромформу, всі компоненти стрімко піднімаються вгору. Рекомендується контролювати відокремлення під мікроскопом або під лупою для оцінки якості відокремлення.

10) Висушують фракцію скляних кульок і зважують (M_2).

E.5 Розрахунок та вираження результатів

Результат виражається середнім арифметичним двох вимірювань, обчисленим у відсотках від початкової маси M_1 випробувальної частини, використовуючи формулу:

$$\frac{M_2}{M_1} \cdot 100 \quad (\text{E.1})$$

Примітка. Якщо два компоненти неможливо розділити, то маса обох компонентів може бути обчислена.

Додаток F

(обов'язковий)

**ФАРБА ТА ХОЛОДНІ ПЛАСТИКИ. МЕТОД ВИПРОБУВАННЯ ДЛЯ
ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ТА ІДЕНТИФІКАЦІЇ РОЗЧИННИКІВ**

F.1 Принцип

F.1.1 Загальний вміст розчинника

Леткі компоненти матеріалу випарюють за температури 105 °С методом, описаним у Додатку А.

F.1.2 Ідентифікація розчинника

Розчинники, крім води, ідентифікують за допомогою газової хроматографії після екстракції н-гексаном.

F.2 Обладнання

F.2.1 Загальний вміст розчинника

Див. А.2 Додатку А.

F.2.2 Ідентифікація розчинника

а) ультразвукова ванна;

б) аналітичні ваги з точністю 0,001 г, з нульовою точкою корекції;

с) газова хроматографічна система:

1) капілярний газовий хроматограф (рекомендується автоматичний пробовідбірник);

2) ін'єкційний шприц: 1 мкл;

3) коефіцієнт розділення 1 : 20;

4) рекомендований прилад: 30 м капілярна колона з покриттям 6 % ціанопропілфенілу / 94 % диметилполісилоксан хімічно зв'язаний;

5) детектор: іонізація полум'я;

д) скляні пробірки 5 мл та 1 мл.

F.3 Реагенти

н-гексан (аналітичний сорт).

Референтні речовини (залежить від матеріалу).

F.4 Порядок проведення

F.4.1 Загальний вміст розчинника

Див. А.4 Додатку А.

F.4.2 Ідентифікація розчинника

Продукт вагою 1 г поміщають у скляний флакон, додають 5 мл n-гексану і розміщують його в ультразвуковій ванні приблизно на 30 хв.

Після осідання (пігменту, наповнювачів, скляних кульок, тощо) вводять 1 мкл надосадової рідини чистого екстракту гексану.

Рекомендується наступний температурний режим в газовій хроматографічній системі:

45 °С ізотерма 10 хв

підвищення температури 10 °С/хв

200 °С ізотерма 5 хв

Запускають еталонні речовини в тих же умовах.

F.5 Результати випробування

F.5.1 Загальний вміст розчинника

Відсоток вмісту розчинника в матеріалі, H , обчислюється за наступною формулою:

$$H = 100 - S \quad (F.1)$$

Твердий залишок зважують і розраховують вміст розчинника.

Якщо результати окремих визначень відрізняються більш ніж на 0,5% за масою, процедуру повторюють. Середнє значення двох окремих результатів обчислюється, а вміст твердих речовин - заокруглюють до найближчих 0,1 % за масою.

F.5.2 Ідентифікація розчинника

F.5.2.1 Ідентифікація за якістю

Порівнюють строки утримування розчинників у матеріалі з часом утримування в еталонній речовині.

прДСТУ EN 12802:202_

Результат записують у таблицю, наприклад:

Еталонна речовина	Ідентифікований/ не ідентифікований
ацетон	ідентифікований
бутанол	ідентифікований
толуол	не ідентифікований
.....

F.5.2.2 Ідентифікація за кількістю

Після калібрування порівнюють пікові значення ідентифікованих компонентів.

Результат записують у таблицю, наприклад:

Речовина	Сума (мас, %)
ацетон	10
бутанол	90
.....

Додаток G
(обов'язковий)

**ФАРБА. МЕТОД ВИПРОБУВАННЯ ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ В'ЯЗКОСТІ
(МЕТОД КРЕБСА-СТОРМЕРА)**

G.1 Принцип

Цей метод дає значення умовної в'язкості або консистенції, яку визначає навантаження у грамах, необхідне для отримання заданої швидкості зсуву фіксованого розмічувального валику при нанесенні дорожньої розмітки.

G.2 Обладнання

G.2.1 Віскозиметр Стормера, з лопатевим ротором, як зображено на рисунках 1 та 2.

Проміжне калібрування двох віскозиметрів може бути здійснено шляхом визначення навантаження в грамах, необхідне для отримання швидкості зсуву 200 об/хв при стандартному мастилі, що має в'язкість від 1 Па·с до 1,5 Па·с за температури 25 °С.

Примітка. Існують автоматичні віскозиметри Стормера, в яких відсутня необхідність у зважуванні або таймері, оскільки є прямий метод відображення в'язкості Кребса.

G.2.2 Контейнер

Можна використовувати для фарб емність діаметром 85 мм і об'ємом приблизно 500 мл.

G.2.3 Термометр з точністю від 0,2 °С, що має діапазон від 20 °С до 70 °С.

G.2.4 Секундомір з точністю 0,2 с.

G.2.5 Набір ваг, щоб відтворити значення, які відображаються на таблиці з 500, 200 (два), 100, 50, 25, 10 (два), 5, 2 (два), 1 гр.

G.2.6 Термостатична ванна, здатна підтримувати температуру (25 ± 0,2) °С.

G.3 Порядок проведення

G.3.1 Підготовка до випробування

Ретельно перемішують зразок фарби і проціджують його в ємність. Заливають в межах 20 мм від верхньої частини контейнера, і герметично закривають. Доводять температуру зразка до $(25 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$ і підтримують його при цій температурі під час випробування. Витримують зразок щонайменше 1 год у термостатичній ванні, з моменту проціджування фарби до початку випробування.

G.3.2 Визначення в'язкості

Ретельно перемішують фарбу, щоб уникнути потрапляння повітря, і ставлять ємність на платформу віскозиметра і піднімають її до тих пір, поки лопатевий ротор не буде повністю занурений у зразок до позначки на валу ротора. Перш ніж почати випробування, ротор повертають приблизно на 100 обертів за $(25 - 35)$ с. Потім, використовуючи різні ваги визначають час, необхідний для 100 обертів ротора. Виберають ваги, які будуть давати щонайменше два показання в діапазоні від 27 с до 33 с. Ці визначення фіксують з початку запуску, щоб ротор зробив щонайменше 10 обертів, перш ніж починати відлік випробування.

Після кожного визначення ваги необхідно знову підняти обмоточний барабан та зафіксувати його за допомогою ручки управління гальмом.

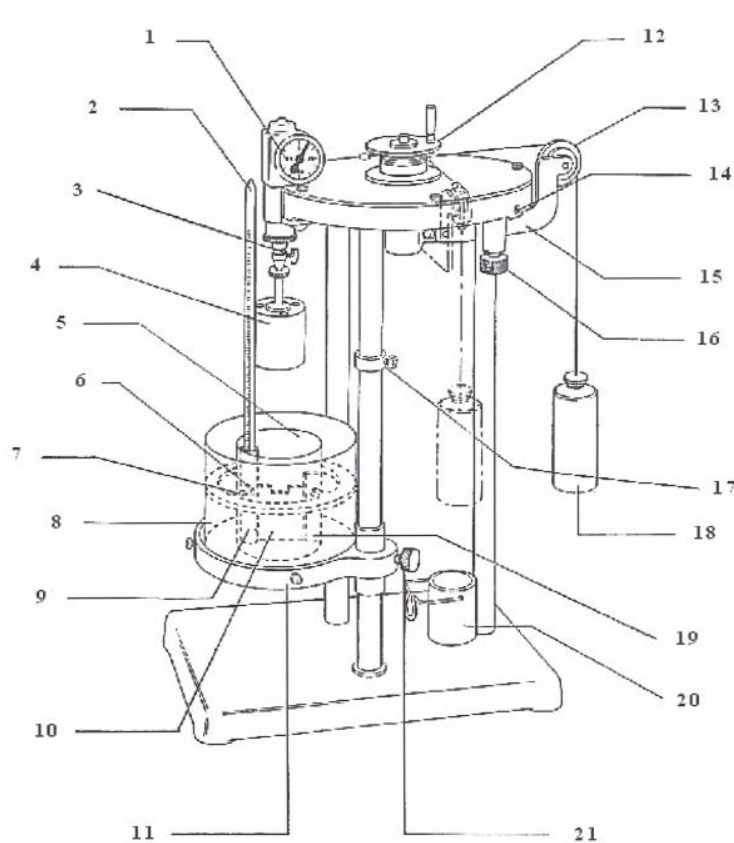
Примітка. В апараті зі стробоскопічним таймером вагу необхідно вимірювати при швидкості обертання 200 об/хв, де лінії видаються нерухомими.

G.4 Вираження результатів

Консистенцію зразка відображають наступним чином:

G.4.1 Визначають консистенцію як вагу у грамах, необхідну для отримання 100 за 30 с.

G.4.2 Одиниці Кребса, відображені у наступній таблиці, де наведені вага у грамах і час у секундах.



Умовні позначки:

- | | |
|--|----------------------------------|
| 1 — лічильник обертів | 12 — обмоточний барабан |
| 2 — термометр | 13 — шків |
| 3 — регулювальний гвинт з накатаною головкою | 14 — гвинт регулювання гальма |
| 4 — циліндричний ротор | 15 — кронштейн шківа |
| 5 — випробувальна ємність | 16 — кнопка управління гальмом |
| 6 — обмежувальна пластина | 17 — механізм зупинки |
| 7 — виступаючий важіль | 18 — гиря (ваговий короб) |
| 8 — водяна або масляна ванна | 19 — бокові лопаті |
| 9 — тримач термометра | 20 — тримач вагового короба |
| 10 — центральна перегородка | 21 — гвинт регулювання платформи |
| 11 — рухома платформа | |

Рисунок G.1 — Устаткування загального призначення із зазначенням комплектуючих деталей

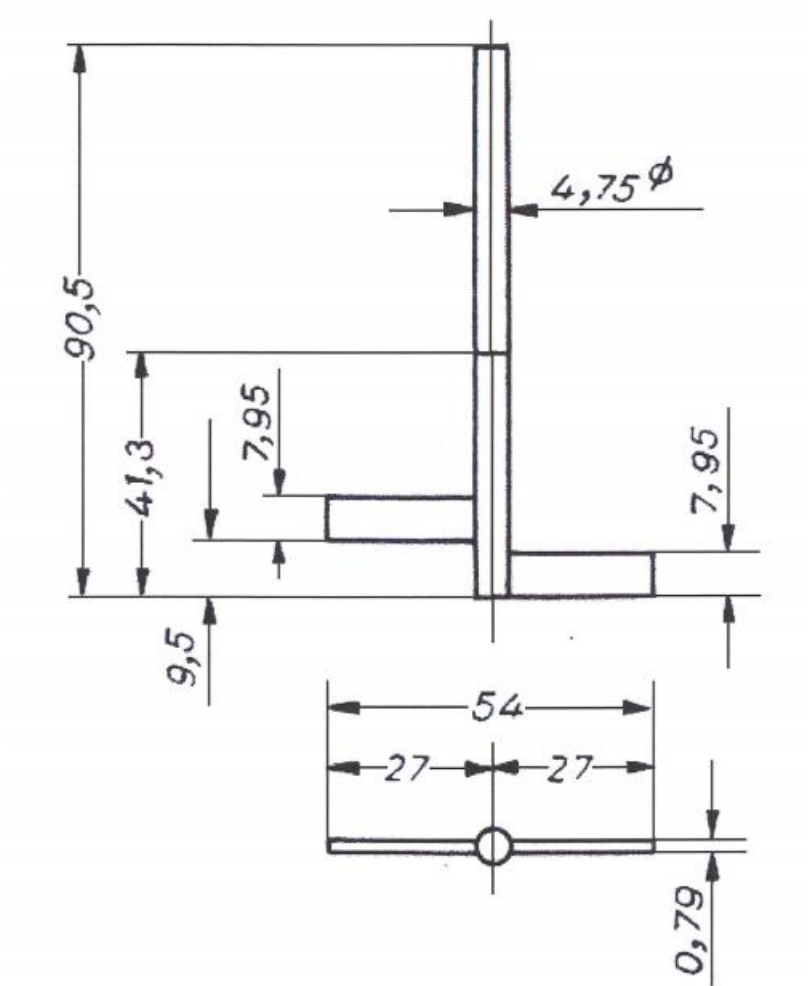


Рисунок G.2 — Ротор лопаткового типа, мм

Таблиця Г.1 — Одиниці Кребса — застосовані ваги у грамах та час у секундах

Вага (г) \ Час (с)	75	100	125	150	175	200	225	250	275	300	325	350	375	400	425	450	475	500
24	42	52	--	65	--	75	--	83	--	90	--	95	--	99	--	103	--	108
25	45	54	--	66	--	76	--	84	--	90	--	95	--	100	--	104	--	109
26	47	56	--	67	--	77	--	85	--	91	--	96	--	101	--	105	--	110
27	49	57	63	68	74	78	83	86	89	92	95	97	100	102	104	106	109	111
28	51	59	65	69	75	79	84	87	90	93	96	98	100	102	105	107	110	112
29	53	60	66	70	76	80	85	88	91	94	97	99	101	103	105	107	110	112
30	54	61	67	71	77	81	86	89	92	95	98	100	102	104	106	108	110	112
31	55	62	68	72	78	82	86	90	93	95	98	100	102	104	106	108	111	113
32	56	63	69	73	79	82	87	90	93	96	99	101	103	105	107	109	111	113
33	57	64	70	74	80	83	88	91	94	96	99	101	103	105	107	109	112	114
34	58	64	--	75	--	84	--	91	--	97	--	102	--	106	--	110	--	114
35	59	65	--	76	--	85	--	92	--	98	--	102	--	106	--	110	--	114
36	60	66	--	76	--	85	--	92	--	90	--	103	--	107	--	111	--	115
37	61	67	--	77	--	86	--	93	--	99	--	103	--	107	--	111	--	115
38	62	68	--	78	--	87	--	93	--	99	--	104	--	108	--	112	--	116
39	62	68	--	78	--	88	--	94	--	100	--	104	--	108	--	112	--	116
40	63	69	--	79	--	88	--	94	--	100	--	104	--	108	--	112	--	116

Вага (г) \ Час (с)	525	550	575	600	625	650	675	700	725	750	775	800	825	850	875	900	950	1000
24	--	111	--	115	--	118	--	122	--	125	--	128	--	130	--	132	--	136
25	--	112	--	116	--	119	--	122	--	125	--	129	--	131	--	133	--	137
26	--	113	--	117	--	120	--	123	--	126	--	130	--	132	--	134	--	138
27	113	114	116	118	120	121	123	124	126	127	129	130	131	132	133	134	136	138
28	114	115	117	118	120	121	123	124	126	127	129	130	131	132	133	134	137	139
29	114	115	117	119	121	122	124	125	127	128	130	131	132	133	134	135	137	139
30	114	116	118	120	121	122	124	125	127	128	130	131	133	134	135	136	138	140
31	115	116	118	120	122	122	125	126	128	129	131	132	133	134	135	136	138	140
32	115	116	118	120	122	123	125	126	128	129	131	132	133	134	135	136	138	140
33	116	117	119	121	122	123	125	126	129	129	131	132	134	135	136	137	139	141
34	--	118	--	122	--	124	--	127	--	130	--	132	--	135	--	137	--	141
35	--	118	--	122	--	124	--	127	--	130	--	133	--	135	--	137	--	142
36	--	118	--	122	--	125	--	128	--	130	--	133	--	135	--	137	--	142
37	--	119	--	123	--	125	--	128	--	131	--	133	--	136	--	138	--	142
38	--	119	--	123	--	126	--	129	--	131	--	134	--	136	--	138	--	142
39	--	120	--	124	--	126	--	129	--	131	--	134	--	136	--	138	--	143
40	--	120	--	124	--	127	--	130	--	132	--	134	--	136	--	138	--	143

Додаток Н

(обов'язковий)

**ФАРБА, ТЕРМОПЛАСТИКИ ТА ХОЛОДНІ ПЛАСТИКИ.
МЕТОД ВИПРОБУВАННЯ ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ЗОЛИ**

Н.1 Область та сфера застосування

Цей додаток визначає метод визначення залишку, отриманого шляхом кальцинування матеріалів при зазначених умовах після випаровування летких сполук.

Визначення вмісту золи є стандартним та порівняльним засобом оцінки вмісту мінералів у матеріалах.

Н.2 Посилання

EN ISO 15528, Paints, varnishes and raw materials for paints and varnishes — Sampling (ISO 15528:2000)

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

EN ISO 15528 Фарби, лаки та сировина для фарб та лаків.
Відбирання проб (ISO 15528: 2000)

Н.3 Відбір проб

Зразок продукту для випробування відбирають відповідно до EN ISO 15528.

Н.4 Обладнання

- a) випарник з пласким дном, ємністю приблизно 25 мл;
- b) випарник з пласким дном, ємністю приблизно 100 мл;
- c) лабораторні ваги, з точністю до 0,1 мг;
- d) нагрівальна піч з природною вентиляцією;
- e) піщана ванна;
- f) електрична муфельна піч, здатна нагріватись до температури $(900 \pm 20) ^\circ\text{C}$;

g) сушильна шафа.

Н.5 Порядок проведення

Проводять усі зважування в межах 0,1 мг.

Виконують операцію на трьох окремих випробувальних зразках вагою близько 2 г.

Примітка 1. У випадку, коли фарба містить менше ніж 1 % золи, масу випробувального зразка можна збільшити до 5 г або 10 г. У цьому випадку використовують випарник ємністю 100 мл.

Порожній випарник прожарюють в електричній муфельній печі протягом 30 хв за температури (900 ± 20) °С; виймають його і поміщають в ексикатор для охолодження.

Зважують випарник, нехай M_0 — його маса.

У випарник поміщають випробувальний зразок та зважують; нехай M_1 — маса.

Випробувальний зразок максимально рівномірно розподіляють у випарнику та випарюють леткі речовини (розчинники), помістивши випарник у піщану ванну за температури 40 °С під вентиляванню витяжкою на 24 години.

Примітка 2. Для лаків із вмістом золи менше ніж 1 % використовують випарник ємністю 100 мл.

Потім поміщають випарник у нагрівальну піч і висушують випробувальний зразок за температури (105 ± 2) °С протягом 3 год для того, щоб повністю видалити розчинник.

Потім прожарюють в електричній муфельній печі протягом 2 год за температури (900 ± 20) °С.

Виймають випарник і дають йому охолонути в ексикаторі та зважують.

Нехай M_2 — маса випарника і матеріалу, що прожарюється.

Примітка 3. Це прожарювання буде досягнуто поступово, наприклад, перед введенням в піч можна прогріти випарник за допомогою лабораторного пальника, який виймається відразу ж після запалювання матеріалу, щоб більша частина в'язучої речовини згоріла без розбрикування.

Н.6 Розрахунок та вираження результатів

Результат виражають середнім арифметичним трьох вимірювань, обчисленим у відсотках від початкових мас $M_1 - M_0$ випробувальних порцій, використовуючи формулу:

$$\frac{M_2 - M_0}{M_1 - M_0} \cdot 100 \quad (\text{Н.1})$$

Кожне з окремих вимірювань не повинно бути менше ніж 2 % від середнього значення, за винятком випадків випробування лаків з вмістом золи менше ніж 1 %, для яких може бути дозволена різниця в 5 %.

Бібліографія

1 EN ISO 2555, Plastics — Resins in the liquid state or as emulsions or dispersions — Determination of apparent viscosity by the Brookfield Test method (ISO 2555:1989)

2 EN ISO 2811-1, Paints and varnishes — Determination of density — Part 1: Pycnometer method (ISO 2811-1:1997)

3 EN ISO 2811-2, Paints and varnishes — Determination of density — Part 2: Immersed body (plummet) method (ISO 2811-2:1997).

ДОДАТОК НА

(довідковий)

**ПЕРЕЛІК НАЦІОНАЛЬНИХ СТАНДАРТИВ УКРАЇНИ, ІДЕНТИЧНИХ
МІЖНАРОДНИМ СТАНДАРТАМ, ПОСИЛАННЯ НА ЯКІ Є ВЦЬОМУ
СТАНДАРТИ**

ДСТУ EN 1423:2019 (EN 1423:2012, IDT) Матеріали для дорожньої розмітки. Наплавні матеріали. Скляні кульки, протиковзні засоби та їхні суміші

ДСТУ EN 1423:2019 (EN 1423:2012, IDT)/Поправка № 1:2019 (EN 1423:2012/AC:2013, IDT) Матеріали для дорожньої розмітки. Наплавні матеріали. Скляні кульки, протиковзні засоби та їхні суміші.

Код згідно з ДК 004: 93.080.20

Ключові слова: в'язкість, густина, неорганічні сполуки, органічні сполуки, термопластик, фарба, холодний пластик
