

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10237-1: 2013

ISO 2811-1: 2011

SƠN VÀ VECNI – XÁC ĐỊNH KHỐI LƯỢNG RIÊNG –

PHẦN 1: PHƯƠNG PHÁP PYKNOMETER

Paints and varnishes – Determination of density – Part 1: Pyknometer method

Lời nói đầu

TCVN 10237-1:2013 hoàn toàn tương đương ISO 2811-1:2011.

TCVN 10237-1:2013 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC35 Sơn và vecni biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ tiêu chuẩn TCVN 10237 (ISO 2811) Sơn và vecni – Xác định khối lượng riêng, bao gồm các phần sau:

- TCVN 10237-1:2013 (ISO 2811-1:2011) *Phần 1: Phương pháp pyknometer*
- TCVN 10237-2:2013 (ISO 2811-2:2011) *Phần 2: Phương pháp nhúng ngập quả dọi*
- TCVN 10237-3:2013 (ISO 2811-3:2011) *Phần 3: Phương pháp dao động*
- TCVN 10237-4:2013 (ISO 2811-4:2011) *Phần 4: Phương pháp cốc chịu áp lực*

SƠN VÀ VECNI – XÁC ĐỊNH KHỐI LƯỢNG RIÊNG –

PHẦN 1: PHƯƠNG PHÁP PYKNOMETER

Paints and varnishes – Determination of density – Part 1: Pyknometer method

1. Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định khối lượng riêng của sơn, vecni và các sản phẩm liên quan bằng cách sử dụng pyknometer kim loại hoặc pyknometer Gay – Lussac.

Phương pháp chỉ áp dụng đối với những vật liệu có độ nhớt thấp hoặc trung bình tại nhiệt độ thử nghiệm. Đối với những vật liệu độ nhớt cao, sử dụng pyknometer Hubbard (xem ISO 3507).

2. Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây 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 (ISO 15528), *Son, vecni và nguyên liệu cho son và vecni – Lấy mẫu.*

TCVN 4851 (ISO 3696), *Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm - Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.*

TCVN 5669 (ISO 1513), *Son và vecni – Kiểm tra và chuẩn bị mẫu thử.*

3. Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1. Khối lượng riêng (density)

ρ : Khối lượng chia cho thể tích của phần vật liệu

CHÚ THÍCH: Khối lượng riêng được biểu thị bằng gam trên centimet khối.

4. Nguyên tắc

Pyknometer được điền đầy sản phẩm cần thử. Khối lượng riêng được tính từ khối lượng của sản phẩm trong poknometer và thể tích đã biết của pyknometer.

5. Nhiệt độ

Ảnh hưởng của nhiệt độ đến khối lượng riêng là rất đáng kể với các tính chất điền đầy và thay đổi tùy thuộc vào loại sản phẩm.

Đối với các mục đích tham chiếu quốc tế, cần phải tiêu chuẩn hóa một nhiệt độ thử nghiệm, và nhiệt độ được quy định trong tiêu chuẩn này là $(23,0 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$. Tuy nhiên, để thuận tiện hơn, thực hiện thử nghiệm so sánh tại một số nhiệt độ thỏa thuận khác, ví dụ $(20,0 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$, theo quy định về khối lượng và đo lường liên quan (xem B.2).

Mẫu thử nghiệm và pyknometer phải được ổn định tại nhiệt độ quy định hoặc theo thỏa thuận, và phải đảm bảo biến thiên nhiệt độ không quá $0,5 ^\circ\text{C}$ trong suốt quá trình thử nghiệm.

6. Thiết bị, dụng cụ

Dụng cụ thủy tinh và thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm, cùng với các thiết bị, dụng cụ sau:

6.1. Pyknometer

6.1.1. Pyknometer kim loại, có thể tích 50 cm^3 hoặc 100 cm^3 , có dạng hình trụ và mặt cắt ngang tròn, được làm bằng vật liệu chịu ăn mòn, bề mặt bên trong nhẵn với nắp đậy khít có một lỗ ở tâm. Mặt trong của nắp đậy có hình lõm (xem Hình 1).

Hoặc

6.1.2. Pyknometer thủy tinh, có thể tích trong dài từ 10 cm^3 đến 100 cm^3 (loại Gay-Lussac) (xem hình 2)

6.2. Cân phân tích, chính xác đến 1 mg.

6.3. Nhiệt kế, chính xác đến 0.2 °C và có vạch chia khoảng cách khoảng 0.2 °C hoặc nhỏ hơn.

6.4. Buồng kiểm soát nhiệt độ, có khả năng chứa cân phân tích, pyknometer và mẫu thử và duy trì chúng tại nhiệt độ quy định hoặc thỏa thuận (xem Điều 5), hoặc bồn cách thủy, có khả năng duy trì pyknometer và mẫu thử tại nhiệt độ quy định hoặc theo thỏa thuận.

7. Lấy mẫu

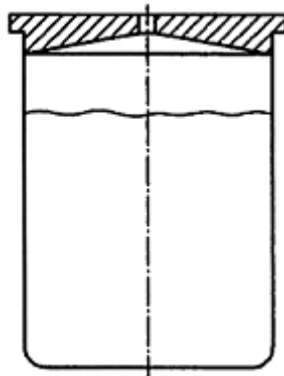
Lấy mẫu đại diện của sản phẩm cần thử, theo TCVN 2090 (ISO 15528). Kiểm tra và chuẩn bị mẫu theo TCVN 5669 (ISO 1513).

8. Cách tiến hành

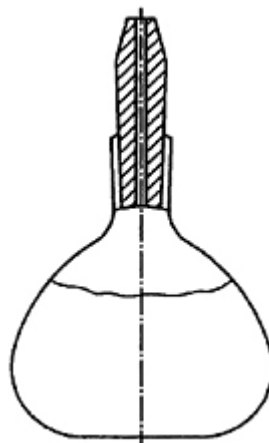
8.1. Quy định chung

Tiến hành phép xác định đơn với mẫu thử mới.

Pyknometer phải được hiệu chuẩn. Ví dụ về phương pháp hiệu chuẩn được nêu trong Phụ lục A.



Hình 1 – Pyknometer kim loại



Hình 2 – Pyknometer Gay-Lussac

8.2. Phép xác định

Nếu làm việc trong buồng kiểm soát nhiệt độ (xem 6.4), đặt pyknometer (6.1) và mẫu thử nghiệm gần cân phân tích (6.2) trong buồng được duy trì tại nhiệt độ quy định hoặc thỏa thuận.

Nếu làm việc trong bồn cách thủy (xem 6.4) chứ không phải trong buồng kiểm soát nhiệt độ, đặt pyknometer và mẫu thử vào bồn cách thủy, duy trì nhiệt độ quy định hoặc thỏa thuận.

Để khoảng 30 min để đạt được nhiệt độ cân bằng.

Sử dụng nhiệt kế (6.3), đo nhiệt độ, t_T , của mẫu thử nghiệm. Kiểm tra đảm bảo trong suốt quá trình thử nghiệm nhiệt độ của buồng hoặc bồn cách thủy phải được duy trì trong các giới hạn quy định.

Cân pyknometer và ghi lại khối lượng m^1 , chính xác đến 10mg đối với pyknometer từ 50 cm³ đến 100 cm³ và chính xác đến 1mg đối với pyknometer có thể tích nhỏ hơn 50 cm³.

Đổ sản phẩm cần thử đầy vào pyknometer, cẩn thận tránh tạo bọt khí. Đậy nắp pyknometer chắc chắn và lau chất lỏng thừa chảy tràn ra phía bên ngoài của pyknometer bằng vật liệu hấp thụ tẩm ướt với dung môi; lau cẩn thận bằng bông gòn.

Ghi khối lượng của pyknometer đã điền đầy sản phẩm cần thử, m_2 .

CHÚ THÍCH: Chất lỏng dính vào bề mặt thủy tinh nhám của pyknometer thủy tinh hoặc các vùng tiếp xúc giữa nắp đậy và thân của pyknometer kim loại gây ra số đọc cân quá cao. Nguồn sai số này có thể được giảm thiểu bằng cách đảm bảo các nắp được đóng chặt và hạn chế bọt khí.

9. Tính kết quả

Tính khối lượng riêng, ρ , của sản phẩm, bằng gam trên centimet khối, tại nhiệt độ thử nghiệm, t_T , sử dụng công thức (1)

$$\rho = \frac{m_2 - m_1}{V_1} \quad (1)$$

Trong đó:

m_1 là khối lượng của pyknometer trống, tính bằng gam;

m_2 là khối lượng của pyknometer điền đầy sản phẩm tại nhiệt độ thử nghiệm t_T , tính bằng gam;

V_1 là thể tích của pyknometer ở nhiệt độ thử nghiệm, t_T , tính bằng centimet khối, được xác định phù hợp với Phụ lục B.

CHÚ THÍCH: kết quả không được hiệu chỉnh đối với lực nâng không khí do hầu hết các quy trình kiểm soát máy điền đầy yêu cầu giá trị không hiệu chỉnh, và sự hiệu chỉnh (0,0012 g/cm³) là không đáng kể so với độ chụm của phương pháp.

Nếu nhiệt độ thử được sử dụng không phải là nhiệt độ chuẩn, khối lượng riêng có thể được tính bằng cách sử dụng Công thức (B.2).

10. Độ chụm

10.1. Giới hạn độ lặp lại, r :

Giá trị chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử nghiệm độc lập, mỗi kết quả là giá trị trung bình của hai lần thử, nhận được trên cùng vật liệu thử, do cùng một thí nghiệm viên thực hiện trong một phòng thử nghiệm trong khoảng thời gian ngắn, theo phương pháp thử đã được tiêu chuẩn hóa có xác suất 95 % là:

- 0,001 g/cm³ đối với dung môi, và

- 0,005 g/cm³ đối với vật liệu phủ.

10.2. Giới hạn độ tái lập, R

Giá trị chênh lệch tuyệt đối giữa hai kết quả thử độc lập, mỗi kết quả là giá trị trung bình của hai lần thử, nhận được trên cùng vật liệu thử, do các thí nghiệm viên thực hiện trong các phòng thử nghiệm khác nhau, theo phương pháp thử đã được tiêu chuẩn hóa có xác suất 95% là:

- 0,002 g/cm³ đối với dung môi, và

- 0,007 g/cm³ đối với vật liệu phủ.

11. Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm ít nhất những thông tin sau:

- a) tất cả các chi tiết cần thiết để xác định sản phẩm được thử;
- b) viện dẫn tiêu chuẩn này;
- c) loại pyknometer được sử dụng;
- d) nhiệt độ thử;
- e) kết quả phép đo khối lượng riêng, tính bằng gam trên centimet khối, được làm tròn đến 0,001g/cm³ đối với pyknometer có thể tích nhỏ hơn 50 cm³ và tính đến 0,01 g/cm³ đối với pyknometer từ 50 cm³ đến 100 cm³;
- f) bất kỳ sai khác nào từ phương pháp thử được xác định;
- g) bất kỳ đặc điểm bất thường nào quan sát thấy trong quá trình thử nghiệm;
- h) ngày thử nghiệm.

PHỤ LỤC A

(Tham khảo)

VÍ DỤ VỀ PHƯƠNG PHÁP HIỆU CHUẨN

A.1. Quy trình

Làm sạch pyknometer cẩn thận cả bên trong và bên ngoài bằng dung môi không để lại cặn sau khi dung môi bốc hơi và khô hoàn toàn. Tránh để lại dấu vân tay trên pyknometer do chúng có thể làm sai lệch số ghi cân bằng.

Đặt pyknometer cạnh cân trong 30 min để đạt tới nhiệt độ xung quanh, sau đó cân pyknometer (m_1).

Đổ nước cất hoặc nước khử ion có độ tinh khiết loại 2, theo quy định tại TCVN 4851 (ISO 3696), vào pyknometer đã được đun sôi trước đó và để đến nhiệt độ không dưới 1 °C so với nhiệt độ thử và đóng nắp hoặc nút lại. Chú ý ngăn không để hình thành bọt khí trong pyknometer.

Đặt pyknometer trên bồn nước hoặc trong buồng điều khiển nhiệt độ và để pyknometer đạt đến nhiệt độ thử. Loại bỏ bất kỳ hiện tượng chảy tràn nào xảy ra bằng cách lau bằng vật liệu thấm (vải hoặc giấy). Lấy pyknometer ra khỏi bồn nước hoặc buồng điều khiển nhiệt độ và làm khô hoàn toàn bề mặt ngoài pyknometer. Tránh gia nhiệt thêm pyknometer và đảm bảo rằng không bị tràn nước. Cân ngay lập tức pyknometer đã được điền đầy (m_3).

Do thao tác pyknometer với tay trần làm gia tăng nhiệt độ và gây ra tràn nước cũng như để lại dấu vân tay, nên sử dụng kẹp hoặc tấm lót xenlulô để thao tác.

Cân ngay và thật nhanh pyknometer đã được điền đầy để giảm thiểu thất thoát khối lượng do bốc hơi nước qua miệng tràn.

Điều cần thiết là pyknometer phải được hiệu chuẩn tại cùng nhiệt độ như khi xác định khối lượng riêng của sản phẩm cân thử, do thể tích pyknometer dao động với nhiệt độ. Mặt khác, cần thực hiện hiệu chỉnh như quy định trong Phụ lục B.

A.2. Xác định thể tích pyknometer

Tính thể tích pyknometer, V_t , tính bằng centimet khối, tại nhiệt độ t_T , sử dụng Công thức (A.1) hoặc (A.2)

$$V_t = \frac{m_3 - m_1}{\rho_w - \rho_A} \times \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_G} \right) \quad (\text{A.1})$$

$$V_t = \frac{m_3 - m_1}{\rho_w - 0,0012} \times 0,99985 \quad (\text{A.2})$$

Trong đó:

m_1 là khối lượng của pyknometer trống, tính bằng gam;

m_3 là khối lượng của pyknometer đã được đổ nước cất tại nhiệt độ thử, t_T , tính bằng gam

ρ_w là khối lượng riêng của nước tinh khiết tại nhiệt độ thử t_T , tính bằng gam trên centimet khối, (xem bảng A.1)

ρ_A là khối lượng riêng của không khí ($= 0.0012\text{g/cm}^3$)

ρ_G là khối lượng riêng của cân nặng được sử dụng (đối với thép, $\rho_G = 8\text{g/cm}^3$).

Bảng A.1 – Khối lượng riêng của nước tinh khiết không có không khí

Nhiệt độ t_T °C	Khối lượng riêng ρ_w g/cm ³	Nhiệt độ t_T °C	Khối lượng riêng ρ_w g/cm ³	Nhiệt độ t_T °C	Khối lượng riêng ρ_w g/cm ³
10	0,9997	22	0,9978	25	0,9970
11	0,9996	22,1	0,9978	25,1	0,9970
12	0,9995	22,2	0,9977	25,2	0,9970
13	0,9994	22,3	0,9977	25,3	0,9970
14	0,9992	22,4	0,9977	25,4	0,9969
15	0,9991	22,5	0,9977	25,5	0,9969
16	0,9989	22,6	0,9976	25,6	0,9969
17	0,9988	22,7	0,9976	25,7	0,9969
18	0,9986	22,8	0,9976	25,8	0,9968
19	0,9984	22,9	0,9976	25,9	0,9968
20	0,9982	23	0,9975	26	0,9968
20,1	0,9982	23,1	0,9975	27	0,9965
20,2	0,9982	23,2	0,9975	28	0,9962
20,3	0,9981	23,3	0,9975	29	0,9959
20,4	0,9981	23,4	0,9974	30	0,9957
20,5	0,9981	23,5	0,9974	31	0,9953
20,6	0,9981	23,6	0,9974	32	0,9950
20,7	0,9981	23,7	0,9974	33	0,9947
20,8	0,9980	23,8	0,9973	34	0,9944

20,9	0,9980	23,9	0,9973	35	0,9940
21	0,9980	24	0,9973	36	0,9937
21,1	0,9980	24,1	0,9973	37	0,9933
21,2	0,9980	24,2	0,9972	38	0,9930
21,3	0,9979	24,3	0,9972	39	0,9926
21,4	0,9979	24,4	0,9972	40	0,9922
21,5	0,9979	24,5	0,9972		
21,6	0,9979	24,6	0,9971		
21,7	0,9978	24,7	0,9971		
21,8	0,9978	24,8	0,9971		
21,9	0,9978	24,9	0,9971		

PHỤ LỤC B

(Tham khảo)

BIẾN THIÊN NHIỆT ĐỘ

B.1. Hiệu chỉnh độ giãn nở nhiệt của pyknometer

Nếu nhiệt độ thử, t_T , khác hơn 5°C so với nhiệt độ mà tại đó thể tích pyknometer được nhận biết, khối lượng riêng nên được hiệu chỉnh theo sự thay đổi thể tích pyknometer.

Tính thể tích pyknometer, V_t , bằng centimet khối, đến năm chữ số, tại nhiệt độ thử, sử dụng Công thức (B.1):

$$V_t = V_C [1 + \gamma_p (t_T - t_C)] \quad (\text{B.1})$$

Trong đó

V_C là thể tích của pyknometer tại nhiệt độ hiệu chuẩn, t_C , tính bằng centimet khối;

γ_p là hệ số thể tích giãn nở nhiệt của vật liệu tạo nên pyknometer, tính bằng độ Celsius nghịch đảo ($^\circ\text{C}^{-1}$), (xem Bảng B.1);

t_T là nhiệt độ thử, tính bằng độ Celsius ($^\circ\text{C}$).

t_C là nhiệt độ hiệu chuẩn, tính bằng độ Celsius ($^\circ\text{C}$).

Bảng B.1 – Hệ số giãn nở nhiệt, γ_p , của vật liệu được sử dụng cho pyknometer

Vật liệu	γ_p ($^{\circ}\text{C}^{-1}$)
Thủy tinh borosilicate	10×10^{-6}
Thủy tinh soda – vôi	25×10^{-6}
Thép không gỉ Austenit	48×10^{-6}
Hợp kim đồng – kẽm (đồng thau)	54×10^{-6} [giá trị đối với CuZn37 (ms63)]
Nhôm	69×10^{-6}

B.2. Tính khối lượng riêng tại nhiệt độ chuẩn từ các phép đo tại nhiệt độ khác

Nếu khối lượng riêng sản phẩm cần thử được xác định tại nhiệt độ khác với nhiệt độ chuẩn, khối lượng riêng, ρ_c , tính bằng gam trên centimet khối, tại nhiệt độ chuẩn có thể được tính theo Công thức (B.2)

$$\rho_c = \frac{\rho_t}{[1 + \gamma_m(t_c - t_T)]} = \rho_t [1 + \gamma_m(t_c - t_T)] \quad (\text{B.2})$$

Trong đó

ρ_t là khối lượng riêng của sản phẩm tại nhiệt độ thử, tính bằng gam trên centimet khối;

γ_m là hệ số thể tích giãn nở nhiệt của sản phẩm cần thử, giá trị xấp xỉ của γ_m là $2 \times 10^{-4} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ đối với sơn nước và $7 \times 10^{-4} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ đối với các loại sơn khác;

t_c là nhiệt độ chuẩn, tính bằng độ Celsius ($^{\circ}\text{C}$);

t_T là nhiệt độ thử, tính bằng độ Celsius ($^{\circ}\text{C}$).

THƯ MỤC TÀI LIỆU THAM KHẢO

[1] ISO 3507, *Laboratory glassware – Pyknometers (Dụng cụ thủy tinh phòng thí nghiệm – Pyknometer)*