

TCVN 9011:2011

Xuất bản lần 1

SƠN EPOXY OXIT SẮT THỂ MICA

Epoxy micaceous iron oxide paint

HÀ NỘI - 2011

Lời nói đầu

TCVN 9011:2011 được xây dựng trên cơ sở tham khảo tiêu chuẩn Nhật bản JIS K 5555:2002 *Epoxy resin micaceous iron oxide paint*.

TCVN 9011:2011 do Tiểu Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC35/SC9 Sơn và vecni – *Phương pháp thử* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Sơn epoxy oxit sắt thể mica

Epoxy micaceous iron oxide paint

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng cho sơn epoxy oxit sắt thể mica loại hai pha lỏng có sử dụng chất đóng rắn là polyamit, amin và sản phẩm cộng amin (amin adduct), v.v. được sử dụng để bảo vệ các công trình và kết cấu bằng thép (sau đây gọi là “sơn epoxy oxit sắt thể mica”).

CHÚ THÍCH: Các thành phần chính của sơn epoxy oxit sắt thể mica có bột màu về cơ bản được tạo thành từ nhựa epoxy, oxit sắt mica (viết tắt là M.I.O), tác nhân đóng rắn và dung môi.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là rất cần thiết khi áp dụng tiêu chuẩn này. 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 bản sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 2090 (ISO 15528), *Sơn, vecni và nguyên liệu cho sơn và vecni – Lấy mẫu.*

TCVN 2091 (ISO 1524), *Sơn, vecni và mực in – Xác định độ nghiền mịn.*

TCVN 2096, *Sơn – Phương pháp xác định thời gian khô và độ khô.*

TCVN 2100-2 (ISO 6272-2), *Sơn và vecni – Phép thử biến dạng nhanh (độ bền va đập) – Phần 2: Phép thử tải trọng rơi, vết lõm có diện tích nhỏ.*

TCVN 2101 (ISO 2813), *Sơn và vecni – Xác định độ bóng phản quang của màng sơn không chứa kim loại ở góc 20°, 60° và 85°.*

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

TCVN 5670 (ISO 1514) *Sơn và vecni – Tám chuẩn để thử.*

TCVN 7764-2 (ISO 6353-2), *Thuốc thử dùng trong phân tích hóa học – Phần 2: Yêu cầu kỹ thuật – Seri thứ nhất.*

TCVN 8792:2011, *Sơn và lớp phủ bảo vệ kim loại – Phương pháp thử mù muối.*

TCVN 9012:2011, *Sơn giàu kẽm.*

TCVN 9013:2011, *Sơn polyuretan bảo vệ kết cấu thép.*

3 Yêu cầu kỹ thuật

Các chỉ tiêu chất lượng của sơn epoxy oxit sắt thể mica phải đáp ứng các quy định trong Bảng 1 khi thử theo Điều 5.

Bảng 1 – Yêu cầu kỹ thuật

Chỉ tiêu	Mức
1. Ổn định trong thùng chứa	Khi khuấy, thành phần chính và chất đóng rắn phải đồng nhất, không bị đóng thành cục tảng.
2. Tính đồng nhất	Hỗn hợp phải đồng nhất
3. Độ mịn phân tán, μm , max.	80
4. Khả năng thi công sơn	Không ảnh hưởng đến việc thi công sơn
5. Thời gian khô cấp 1, h, max.	16
6. Bề ngoài màng sơn	Bình thường
7. Thời gian sống, h, min.	5
8. Tính phù hợp lớp phủ trên	Không ảnh hưởng đến lớp phủ trên
9. Độ bền uốn	Chịu uốn cong với đường kính 10 mm
10. Khả năng chịu nước muối	Khi ngâm trong dung dịch natri clorua, không có dấu hiệu bất thường
11. Hàm lượng chất không bay hơi, %, min.	65
12. Hàm lượng chất không tan trong dung môi, %	Từ 50 đến 67
13. Xác định định tính nhựa epoxy	Có chứa nhựa epoxy
14. Xác định định tính oxit sắt mica	Có chứa oxit sắt mica
15. Sự kết dính giữa các lớp sau khi phơi	Không có bất thường về sự kết dính giữa các lớp sơn phủ trong phép thử một năm

4 Lấy mẫu

Lấy mẫu đại diện của sản phẩm theo TCVN 2090 (ISO 15528).

Kiểm tra và chuẩn bị từng mẫu thử nghiệm theo quy định trong TCVN 5669 (ISO 1513).

5 Phương pháp thử

5.1 Điều kiện chung đối với phép thử

5.1.1 Phép thử được thực hiện ở nhiệt độ thông thường trong phòng thử nghiệm, không có ánh sáng mặt trời trực tiếp, ít chịu ảnh hưởng bởi khí, hơi và bụi.

5.1.2 Việc trộn các thành phần chính và chất đóng rắn phải theo hướng dẫn cho sản phẩm đó.

5.1.3 Mẫu đã trộn phải được để yên 30 min trong thùng chứa có nắp.

5.1.4 Mẫu đã trộn, sau khi trộn kỹ bằng cách khuấy mỗi lần, phải được sơn ngay. Không sử dụng mẫu để lâu quá 5 h kể từ khi bắt đầu trộn.

5.1.5 Tấm thử

5.1.5.1 Trừ khi có quy định khác, tấm thử phải là tấm thép phù hợp với TCVN 5670 (ISO 1514), có kích thước (150 x 70 x 0,8) mm.

5.1.5.2 Chuẩn bị và gia công màng sơn

Sơn mẫu đã trộn theo phương pháp phun (phun nén khí), chiều dày màng khô được đo khi làm khô 7 ngày phải là từ 50 μ m đến 60 μ m. Nếu cần, mẫu có thể được pha loãng đến 30 % (khối lượng) của hỗn hợp, sử dụng chất pha loãng được quy định đối với sản phẩm.

5.1.5.3 Chiều dày màng sơn khô được xác định theo ISO 2808.

5.1.6 Lượng mẫu cần để xác định các chỉ tiêu chất lượng là khoảng 800 ml.

5.2 Xác định các chỉ tiêu

5.2.1 Ổn định trong thùng chứa

Xác định theo TCVN 9014:2011.

5.2.2 Tính đồng nhất

Xác định theo TCVN 9014:2011.

5.2.3 Độ mịn phân tán

Xác định theo TCVN 2091 (ISO 1524).

5.2.4 Khả năng thi công sơn

Tấm thử là tấm thép có kích thước (500 x 200 x 1) mm, sơn một lần đến chiều dày quy định tại 5.1.5.2 bằng phương pháp phun, để tấm thử khô tự nhiên, kiểm tra bề mặt đã sơn, không thấy hiện tượng chảy thì báo cáo là “không ảnh hưởng đến thi công sơn”.

5.2.5 Thời gian khô

Xác định theo TCVN 2096.

5.2.6 Bề ngoài màng sơn

Chuẩn bị tấm thử theo 5.1.5.2.

Thực hiện đánh giá bề ngoài màng sơn sau khi sơn 48 h, quan sát bằng mắt thường và kiểm tra về tính phẳng, tính chảy, thớ hạt, nếp nhăn, không bằng phẳng, vết nứt, phòng rộp và các lỗ kim. Nếu bề mặt màng sơn phù hợp với yêu cầu kỹ thuật của sản phẩm thì được đánh giá là “bề ngoài màng sơn là bình thường”.

5.2.7 Thời gian sống

Xác định theo TCVN 9014:2011.

5.2.8 Tính phù hợp với lớp phủ trên

Tấm thử phải là tấm thép có kích thước (200 x 100 x 0,8) mm.

Tấm thép mà mẫu sơn lên một lần được để yên trong 48 h được lấy làm mẫu thử. Sơn được sử dụng để sơn phủ trên phải là sơn polyuretan loại phủ giữa phù hợp với TCVN 9013:2011, và được sơn một lần bằng chổi. Khối lượng sơn khoảng 1,2 g/100 cm². Tấm thử khác, mặt bên được sơn với cùng loại sơn cho lớp phủ trên theo cùng phương pháp sơn tại cùng thời điểm, được lấy làm mẫu thử ở trạng thái ban đầu. Quan sát bằng mắt thường, không thấy các vết nứt, lỗ kim, phòng rộp và bong tróc trên lớp phủ trên sau khi để 48 h và so sánh với mẫu thử trạng thái ban đầu, nếu mức độ dính và nhăn không lớn thì báo cáo là “không có ảnh hưởng đến lớp phủ trên”.

5.2.9 Độ bền uốn

Xác định theo TCVN 2099 (ISO 1519).

5.2.10 Khả năng chịu nước muối

Lấy sơn giàu kẽm loại 2 có chất lượng phù hợp với TCVN 9012:2011 sơn một lần lên tấm thử sao cho màng sơn khô dày khoảng 20 µm. Để yên 24 h, dùng parafin nóng chảy viền quanh chu vi mẫu đã sơn. Giữ ổn định 6 ngày và lấy làm mẫu thử. Ngâm mẫu thử vào dung dịch natri clorua 30 g/l ở nhiệt độ phòng trong 240 h. Quan sát bằng mắt thường trên cả hai tấm mẫu thử không thấy có phòng rộp, gỉ, nứt, bong tróc, báo cáo là “không có bất thường khi ngâm trong dung dịch natri clorua”.

Phải quan sát màng sơn trong chiều rộng khoảng 10 mm từ bề mặt chất lỏng.

5.2.11 Hàm lượng chất không bay hơi

Xác định theo TCVN 9014:2011.

5.2.12 Hàm lượng chất không tan trong dung môi**5.2.12.1 Nguyên tắc**

Chất tan trong dung môi được hòa tan bằng cách cho dung môi vào mẫu. Chất rắn thu được bằng tách ly tâm được lấy làm chất không tan trong dung môi, tính bằng phần trăm.

5.2.12.2 Thiết bị, dụng cụ và hóa chất

5.2.12.2.1 Thiết bị ly tâm, 1500 r/min đến 3000 r/min.

5.2.12.2.2 Ống ly tâm, bằng thủy tinh hoặc thép không gỉ, có đáy tròn và dung tích khoảng 50 ml.

5.2.12.2.3 Hỗn hợp dung môi toluen và aceton với tỷ lệ thể tích 1:1.

5.2.12.3 Cách tiến hành

Cân khoảng 10 g mẫu cho vào ống ly tâm đã biết trước khối lượng. Thêm khoảng 20 ml hỗn hợp dung môi (5.2.12.2.3) và trộn đều bằng đĩa thủy tinh. Dùng dung môi rửa chất rắn bám trên đĩa thủy tinh cho vào ống ly tâm và thêm dung môi cho đến khi lượng dung dịch chiếm khoảng 4/5 ống ly tâm.

Đậy nút ống ly tâm để ngăn sự bay hơi của dung môi. Ly tâm với tốc độ khoảng 1500 r/min đến 3000 r/min trong 20 min đến 30 min.

Gạn phần nổi lên trên trong ống ly tâm ra. Lặp lại thao tác trộn, kết tủa và gạn bỏ phần nổi lên trên ba lần, mỗi lần sử dụng 30 ml hỗn hợp dung môi.

Sau đó ngâm đáy ống ly tâm vào nước nóng. Gõ nhẹ vài lần vào đáy ống ly tâm tỳ vào 5 đến 6 tấm vải cotton nằm trên tấm gỗ, lặp lại thao tác này và tách kết tủa ra khỏi ống ly tâm.

Sấy khô ống ly tâm trong tủ sấy ở nhiệt độ $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ trong 2 h. Sau đó để nguội trong bình hút ẩm. Cân khối lượng chất kết tủa.

5.2.12.4 Tính toán

Chất không tan trong dung môi được tính theo công thức sau.

$$A = \frac{m_1}{m_2} \times 100$$

Trong đó

A là chất không tan trong dung môi, tính bằng %;

m_1 là khối lượng chất kết tủa, tính bằng g;

m_2 là khối lượng mẫu, tính bằng g;

5.2.13 Xác định định tính nhựa epoxy

Xác định theo TCVN 9014:2011.

5.2.14 Xác định định tính oxit sắt thể mica

5.2.14.1 Nguyên tắc

Sau khi hòa tan oxit sắt có dạng tinh thể giống $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ là oxit sắt thể mica được lấy ra bằng cách thêm axit clohydric vào chất không tan trong dung môi, đổ đầy giá đỡ mẫu bột nhiều xạ tia X, tiến hành đo trên nhiều xạ kế bột tia X, phân tích giản đồ nhiễu xạ tia X thu được và xác định định tính oxit sắt mica trong chất không tan trong dung môi.

5.2.14.2 Thuốc thử

Các thuốc thử sử dụng trong quá trình phân tích có độ tinh khiết phù hợp với TCVN 7764 (ISO 6353) hoặc có độ tinh khiết tương đương.

5.2.14.2.1 Etanol 99,5.

5.2.14.2.2 Dung dịch axit clohydric (1+5).

5.2.14.3 Thiết bị, dụng cụ

5.2.14.3.1 Nhiễu xạ kế bột tia X.

5.2.14.3.2 Giá đỡ mẫu

Giá đỡ bằng nhôm hoặc kính, có thể đổ đầy mẫu dạng bột và thích hợp với nhiễu xạ kế bột tia X được sử dụng.

5.2.14.4 Cách tiến hành

a) Sử dụng chất không tan trong dung môi thu được trong 5.2.12 làm mẫu thử. Tại thời điểm khi nghiền thành bột mịn, ánh sáng kim loại của oxit sắt thể mica biến mất, chuyển thành màu nâu giống như oxit sắt thì oxit sắt thể mica dễ dàng hòa tan trong axit clohydric trong quy trình b).

b) Lấy khoảng 3 g mẫu cho vào bình hình nón dung tích 200 ml, dùng một lượng nhỏ ethanol để tẩy ướt mẫu, thêm 50 ml dung dịch axit clohydric (1+5), đậy mặt kính đồng hồ, đun nhẹ trong 10 min. Khi toàn bộ lượng mẫu được hòa tan và không còn chất không tan, đó là trạng thái “không chứa oxit sắt thể mica”.

c) Nếu tồn tại chất không tan, sau khi rửa mặt kính đồng hồ và thành bên trong bình hình nón bằng nước ấm, lọc bằng giấy lọc. Dùng nước ấm rửa kỹ bình hình nón, giấy lọc và cặn trên giấy lọc.

d) Chuyển cặn trên giấy lọc sang đĩa bay hơi và đặt vào tủ sấy ở nhiệt độ $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$. Sau đó sấy khô trong 1 h, lấy ra khỏi tủ sấy, để nguội đến nhiệt độ phòng. Nghiền nhẹ bằng cối nghiền để không tán thành bột và trộn đều.

e) Đặt bột tia X của giá đỡ mẫu nhiễu xạ trên đĩa thủy tinh hoặc tương tự có bề mặt sạch mịn, dùng thìa đổ đầy bột mẫu và tạo bề mặt phân tích phẳng và mịn.

f) Gắn giá đỡ đã đổ đầy mẫu vào vị trí mẫu của dụng cụ đo góc của thiết bị, tiến hành thao tác ở điều kiện thích hợp theo hướng dẫn của nhà sản xuất và nhận được giản đồ nhiễu xạ tia X.

5.2.14.5 Đánh giá

Các pic cơ bản của nhiễu xạ tia X của oxit sắt mica xuất hiện gần ở khoảng 0,269 nm, 0,251 nm, 0,183 nm và 0,169 nm như trong trường hợp của $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Khi ba hoặc nhiều hơn đường nhiễu xạ tia X của mẫu đáp ứng nhiễu xạ tia X của $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, trạng thái này được đánh giá là có oxit sắt trạng thái mica (MIO).

5.15 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải có ít nhất các thông tin sau:

- Tất cả chi tiết cần thiết để nhận biết sản phẩm được thử;
- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Chất lượng vật liệu, kích thước, số lượng tấm thử được yêu cầu đối với từng phép thử;
- Kết quả thử tương ứng với từng phép thử;
- Bất kỳ sai khác với phương pháp thử quy định;
- Ngày tháng thử nghiệm.

6 Ghi nhãn

Thùng chứa sơn epoxy oxit sắt thể mica phải được ghi nhãn bao gồm ít nhất các thông tin sau:

- Tên sản phẩm và số hiệu tiêu chuẩn;
 - Loại sơn;
 - Khối lượng thực hoặc dung tích thực;
 - Ngày sản xuất;
 - Số lô;
 - Hướng dẫn sử dụng (phương pháp chuẩn bị hỗn hợp sơn, chất pha loãng ...) (nếu có thể tách riêng tài liệu kỹ thuật kèm theo).
-