



CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

QCVN:...../2020/BNNPTNT

**QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
VỀ SƠN PHỦ BỀ MẶT SẢN PHẨM GỖ
PHẦN 1. NHÓM SƠN PU (POLYURETHANE)**

National Technical Regulation on wood paints and varnishes

Part 1. PU paints and varnishes (Polyurethane)

(DỰ THẢO 6)

HÀ NỘI – 2020

Dự thảo

Lời nói đầu

QCVN:...../2020/BNNPTNT do Viện Công nghiệp gỗ biên soạn,
Tổng Cục Lâm nghiệp trình duyệt, Bộ Nông nghiệp và Phát triển
nông thôn ban hành theo Thông tư số .../2020/TT-BNNPTNT
ngày.....tháng.....năm 2020.

Duyệt thảo

Dự thảo

Sơn phủ bề mặt sản phẩm gỗ -

Phần 1. Nhóm sơn PU (Polyurethane)

National technical regulation on wood paints and varnishes Part 1. PU paints and varnishes (Polyurethane)

PHẦN I: QUY ĐỊNH CHUNG

1.1 Phạm vi điều chỉnh

Quy chuẩn này quy định các yêu cầu chất lượng phải tuân thủ đối với các sản phẩm, hàng hóa sơn PU (Polyurethane) dùng phủ bề mặt sản phẩm gỗ được sản xuất trong nước, nhập khẩu và lưu thông trên thị trường Việt Nam.

Quy chuẩn này không áp dụng cho các sản phẩm, hàng hóa sơn PU phủ bề mặt gỗ dưới dạng mẫu thử; sản phẩm mẫu; sản phẩm trưng bày; hàng hóa tạm nhập tái xuất, hàng hóa quá cảnh.

Quy chuẩn này không áp dụng kiểm tra hàm lượng chì đối với sơn PU không màu (trong suốt).

1.2 Đối tượng áp dụng

1.2.1 Các tổ chức, cá nhân sản xuất, nhập khẩu, phân phối, lưu thông, lưu trữ và sử dụng sản phẩm hàng hóa sơn PU phủ bề mặt sản phẩm gỗ.

1.2.2 Các cơ quan quản lý nhà nước về chất lượng sản phẩm, hàng hóa có liên quan.

1.2.3 Các tổ chức được chỉ định đánh giá sự phù hợp các sản phẩm, hàng hóa sơn PU phủ bề mặt sản phẩm gỗ.

1.3 Giải thích từ ngữ

Trong Quy chuẩn này, các từ ngữ dưới đây được hiểu như sau:

1.3.1

Sơn PU (PU paints and varnishes)

Loại chất phủ tạo màng được tạo ra từ phản ứng giữa nhóm Isocyanate (-NCO) với Hydro linh động (-H) của rượu đa chức (Polyol), amin, urê, amid, este, ête.

1.3.2

Sơn lót PU (PU primers)

Lớp sơn đầu tiên được sơn trực tiếp bám dính lên bề mặt vật liệu nền góp phần làm nền cho lớp sơn phủ.

1.3.3

Sơn bóng PU (Gloss PU paints and varnishes)

Lớp ngoài cùng có tác dụng làm tăng tính thẩm mỹ và bảo vệ bề mặt sản phẩm trước tác động từ môi trường bên ngoài.

1.3.4

Độ bóng (Gloss)

Tính chất quang học của bề mặt, đặc trưng bởi khả năng phản chiếu ánh sáng của bề mặt.

CHÚ THÍCH 1: Ví dụ về mức độ của độ bóng là bóng cao, bóng, bóng như lụa, bán bóng, cận mờ (satin), mờ và mờ xỉn (dead matt).

[Nguồn: ISO 4618: 2014; TCVN 2101:2016]

1.3.5

Giá trị độ bóng (Gloss value)

100 lần tỷ số giữa thông lượng quang phản chiếu từ một vật thể và thông lượng quang phản chiếu từ bề mặt kính có chỉ số khúc xạ là 1,567 tại bước sóng 587,6 nm theo hướng phản chiếu đối với góc phản chiếu xác định và khẩu độ xác định của nguồn sáng và bộ thụ quang.

CHÚ THÍCH 1: Giá trị độ bóng được thể hiện theo các đơn vị độ bóng (GU). Không được thể hiện và biểu thị giá trị độ bóng theo "% phản chiếu".

CHÚ THÍCH 2: Giá trị độ bóng đo trên lớp phủ được làm tròn đến số nguyên gần nhất (không có số thập phân).

CHÚ THÍCH 3: Để xác định thang đo độ bóng, tấm kính đen đánh bóng có chỉ số khúc xạ bằng 1,567 ở bước sóng 587.6 nm được gán cho giá trị 100 đối với các góc hình học 20°, 60° và 85°.

CHÚ THÍCH 4: Có thể sử dụng bề mặt kính có chỉ số khúc xạ là 1,567 ở bước sóng 546,1 nm (bước sóng trung tâm của tính năng phát sáng quang phổ hiệu dụng).

CHÚ THÍCH 5: Giá trị độ bóng bị ảnh hưởng bởi các tính chất bề mặt của mẫu, ví dụ như độ nhám, vân, kết cấu.

1.3.6

Hàm lượng chì (Lead content)

Lượng nguyên tố chì (Pb) tan tồn tại trong hợp chất sơn có đơn vị là % theo khối lượng [Nguồn: CPSC-CH-E1003-09.1].

1.3.7

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

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

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

CHÚ THÍCH 2: Theo luật Mỹ (US), thuật ngữ VOC chỉ quy định đối với những hợp chất có hoạt tính quang hóa trong không khí (xem ASTM D 3960). Những hợp chất khác được xem là những hợp chất ngoại trừ. [Nguồn: ISO 4618: 2014].

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

1.3.8

Hàm lượng hợp chất hữu cơ dễ bay hơi (Hàm lượng VOC - Volatile organic compound content)

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

CHÚ THÍCH 1: Đặc tính và số lượng của các hợp chất được sử dụng để định lượng sẽ phụ thuộc vào lĩnh vực áp dụng của vật liệu màng phủ. Với mỗi lĩnh vực áp dụng, các giá trị giới hạn và các phương pháp xác định hoặc tính toán được quy định theo các quy tắc hoặc thỏa thuận.[Nguồn: ISO 4618: 2014]

CHÚ THÍCH 2: Nếu thuật ngữ VOC chỉ những hợp chất có điểm sôi lớn nhất xác định (xem chú thích 3 trong 1.3.7), Những hợp chất có điểm sôi dưới giới hạn lớn nhất được coi là thành phần của hàm lượng VOC và những hợp chất có điểm sôi cao hơn giới hạn lớn nhất được xem là những hợp chất không bay hơi.

1.3.9

Lô sản phẩm (Product batch)

Tập hợp một loại sản phẩm, hàng hóa sơn PU phủ bề mặt sản phẩm gỗ có cùng thông số kỹ thuật và được sản xuất cùng một đợt trên cùng một dây chuyền công nghệ.

1.3.10

Lô hàng hóa (Goods lot)

Tập hợp một loại sản phẩm, hàng hóa sơn PU phủ bề mặt sản phẩm gỗ được xác định về số lượng, có cùng nội dung ghi nhãn, do một tổ chức, cá nhân sản xuất, nhập khẩu tại cùng một địa điểm được phân phối, lưu thông và tiêu thụ trên thị trường.

1.3.11

Sản phẩm, hàng hóa sơn PU có khả năng gây mất an toàn (PU products and goods likely to cause unsafety)

Sản phẩm, hàng hóa sơn PU phủ bề mặt sản phẩm gỗ trong điều kiện vận chuyển, lưu giữ, bảo quản, sử dụng hợp lý và đúng mục đích vẫn tiềm ẩn khả năng gây hại cho người, động vật, thực vật, tài sản, môi trường.

1.4 Quy định chung

1.4.1 Các sản phẩm, hàng hóa sơn PU phủ bề mặt sản phẩm gỗ phải được thông tin đầy đủ tiêu chuẩn cơ sở trên bao bì, nhãn mác, trong đó các chỉ tiêu bắt buộc phải công bố là hàm lượng chì, hàm lượng các chất hữu cơ bay hơi (VOC), độ bám dính, độ cứng bề mặt, thời gian khô, màu sắc, độ bóng; các chứng chỉ chất lượng, tài liệu kỹ thuật và phải đảm bảo không gây mất an toàn trong quá trình vận chuyển, lưu giữ, bảo quản, phân phối và sử dụng.

1.4.2 Các tổ chức, cá nhân sản xuất, nhập khẩu sản phẩm, hàng hóa sơn PU phủ bề mặt sản phẩm gỗ phải kê khai đúng chủng loại sản phẩm, hàng hóa phù hợp với danh mục sản phẩm quy định tại Phần 2. Nếu chưa rõ, cần phối hợp với Tổ chức đánh giá sự phù hợp để thực hiện việc định danh chủng loại sản phẩm.

1.4.3 Các sản phẩm, hàng hóa sơn PU phủ bề mặt sản phẩm gỗ quy định tại Phần 2 khi lưu thông trên thị trường phải có giấy Chứng nhận hợp quy và công bố hợp quy. Dấu hợp quy được sử dụng trực tiếp trên sản phẩm hoặc trên bao gói hoặc trên nhãn gắn trên sản phẩm hoặc trong chứng chỉ chất lượng, tài liệu kỹ thuật của sản phẩm.

1.5 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây là cần thiết khi áp dụng quy chuẩn này. Khi các tiêu chuẩn này được soát xét, sửa đổi thì áp dụng phiên bản mới nhất.

TCVN 2090: 2015 (ISO 15528: 2013). Sơn, vecni và nguyên liệu cho sơn và vecni – Lấy mẫu.

TCVN 2101:2016. Sơn và vecni - Xác định giá trị độ bóng ở 20°, 60° và 85°.

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

ISO 4618: 2014. Paints and varnishes – Terms and definitions. (ISO 4618:2014: Sơn và vecni – Thuật ngữ và định nghĩa)

ASTM D3960 – 05 (Reapproved 2018). Standard Practice for Determining Volatile Organic Compound (VOC) Content of Paints and Related Coatings. (ASTM D3960-05 (Phê chuẩn lại năm 2018) Tiêu chuẩn xác định hàm lượng các chất hữu cơ bay hơi trong sơn và các màng phủ có liên quan)

CPSC-CH-E1003-09.1 Standard Operating Procedure for Determining Lead (Pb) in Paint and Other Similar Surface Coatings. February 25, 2011. (CPSC-CH-E1003-09.1 Tiêu chuẩn qui định quy trình xác định hàm lượng chì (Pb) có trong sơn và các chất phủ bề mặt tương tự khác)

Directive 2004/42/CE of the European Parliament and of the Council of 21 April 2004 on the limitation of emissions of volatile organic compounds due to the use of organic solvents in

certain paints and varnishes and vehicle refinishing products and amending Directive 1999/13/EC. (Thông tư số 2004/42/EC của Nghị viện Châu Âu và Hội đồng Châu Âu ngày 21/4/2004 về giới hạn phát thải các hợp chất hữu cơ bay hơi do sử dụng dung môi trong sơn và vecni và các sản phẩm hoàn thiện lại bề mặt cho xe hơi.

PHẦN II: QUY ĐỊNH VỀ KỸ THUẬT

2.1 Yêu cầu kỹ thuật

Các sản phẩm sơn PU phủ bề mặt sản phẩm gỗ phải được kiểm tra các chỉ tiêu kỹ thuật và phải thỏa mãn mức yêu cầu kỹ thuật quy định trong Bảng 1.

2.2 Phương pháp thử

Áp dụng khi kiểm tra các chỉ tiêu kỹ thuật của các sản phẩm sơn PU phủ bề mặt sản phẩm gỗ được quy định trong Bảng 1.

Bảng 1 - Yêu cầu kỹ thuật đối với sơn PU phủ bề mặt sản phẩm gỗ.

TT	Chỉ tiêu kỹ thuật	Tên sản phẩm	Mức yêu cầu ⁽¹⁾	Phương pháp thử ⁽²⁾	Quy cách mẫu
1	Hàm lượng chì, % khối lượng rắn	Sơn PU phủ bề mặt sản phẩm gỗ	$\leq 0,009\%$ (90 ppm)	CPSC-CH-E1003-09.1	Lấy mẫu đại diện của sản phẩm được thử nghiệm theo qui định trong TCVN 2090:2015 (ISO 15528:2013).
2	Hàm lượng VOC, g/mL	Sơn PU phủ bề mặt sản phẩm gỗ Lớp mặt: Độ bóng ≥ 80 GU (góc đo 60°) Độ bóng < 80 GU (góc đo 60°) Lớp lót:	$\leq 0,58$ g/mL $\leq 0,67$ g/mL $\leq 0,67$ g/mL	TCVN 10370-2: 2014	Lấy mẫu đại diện của sản phẩm được thử nghiệm theo qui định trong TCVN 2090:2015 (ISO 15528:2013).

GHI CHÚ:

⁽¹⁾ Các chỉ tiêu được xác định ở dung dịch sơn sau khi pha chế đầy đủ các thành phần theo đúng khuyến cáo của nhà sản xuất.

⁽²⁾ Nội dung chi tiết của phương pháp thử theo Phụ lục 1 và 2.

PHẦN III: QUY ĐỊNH VỀ QUẢN LÝ

3.1 Quy định về chứng nhận hợp quy, công bố hợp quy

3.1.1 Các sản phẩm, hàng hóa sơn PU phủ bề mặt sản phẩm gỗ phải được công bố hợp quy phù hợp với các quy định kỹ thuật nêu trong Bảng 1 Phần 2 dựa trên kết quả chứng nhận hợp quy theo quy định của pháp luật.

3.1.2 Phương thức đánh giá sự phù hợp

3.1.2.1 Các tổ chức, cá nhân sản xuất, nhập khẩu sản phẩm, hàng hóa sơn PU phủ bề mặt sản phẩm gỗ được lựa chọn Phương thức đánh giá 5 hoặc Phương thức đánh giá 7 theo Thông tư 28/2012/TT-BKHCN ngày 12/12/2012 của Bộ Khoa học và Công nghệ quy định về công bố hợp chuẩn, công bố hợp quy và phương thức đánh giá sự phù hợp với tiêu chuẩn, quy chuẩn kỹ thuật. Thông tư 02/2017/TT-BKHCN ngày 31/3/2017 sửa đổi, bổ sung một số điều của Thông tư số 28/2012/TT-BKHCN ngày 12/12/2012.

3.1.2.2 Chứng nhận hợp quy thực hiện theo Phương thức 5:

- Được áp dụng cho sản phẩm của nhà sản xuất có Chứng chỉ hệ thống quản lý chất lượng theo tiêu chuẩn ISO 9001.

- Hiệu lực của giấy Chứng nhận hợp quy: 01 năm đối với sản phẩm nhập khẩu; 03 năm đối với sản phẩm được đánh giá tại nơi sản xuất và giám sát hàng năm thông qua việc thử nghiệm mẫu lấy tại nơi sản xuất hoặc trên thị trường.

3.1.2.3 Chứng nhận hợp quy thực hiện theo Phương thức 7:

- Được áp dụng cho từng lô sản phẩm sản xuất, nhập khẩu trên cơ sở thử nghiệm chất lượng mẫu đại diện của lô sản phẩm theo hình thức hậu kiểm.

- Giấy Chứng nhận hợp quy chỉ có giá trị đối với từng lô sản phẩm.

3.1.3 Phương pháp lấy mẫu, quy cách và khối lượng mẫu điển hình

3.1.3.1 Phương pháp lấy mẫu điển hình tuân theo các quy định nêu trong tiêu chuẩn quốc gia hiện hành về phương pháp lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử đối với sản phẩm tương ứng.

3.1.3.2 Quy cách và khối lượng mẫu điển hình cho mỗi lô sản phẩm tuân theo quy định nêu trong TCVN 2090: 2015.

3.1.4 Trình tự, thủ tục chứng nhận hợp quy, công bố hợp quy và dấu hợp quy được thực hiện theo quy định về chứng nhận hợp quy, công bố hợp quy và các quy định hiện hành của pháp luật khác có liên quan.

3.2 Quy định về bao gói, ghi nhãn, vận chuyển và bảo quản

3.2.1 Phải ghi nhãn và công bố đầy đủ các chỉ tiêu chất lượng sản phẩm cho tất cả các bao gói sản phẩm. Việc ghi nhãn sản phẩm thực hiện theo các quy định hiện hành của pháp luật về ghi nhãn sản phẩm, hàng hóa.

3.2.2 Quy định về bao gói (với sản phẩm đóng bao, kiện, thùng), vận chuyển và bảo quản được nêu trong tiêu chuẩn áp dụng đối với sản phẩm đó.

3.3 Đánh giá giám sát

Trong thời gian hiệu lực của kết luận về sự phù hợp, mỗi sản phẩm công bố hợp quy phải

được lấy mẫu để đánh giá giám sát với tần suất không được vượt quá 12 tháng/1 lần và thử nghiệm tất cả các chỉ tiêu quy định tại Quy chuẩn kỹ thuật này với tần suất ít nhất 03 năm/lần/chỉ tiêu.

PHẦN IV: TỔ CHỨC THỰC HIỆN VÀ TRÁCH NHIỆM CỦA TỔ CHỨC, CÁ NHÂN

4.1 Trách nhiệm của tổ chức, cá nhân

4.1.1 Tổ chức, cá nhân sản xuất trong nước phải thực hiện việc chứng nhận hợp quy, công bố hợp quy và ghi nhãn phù hợp với các yêu cầu quy định tại phần 2 và phần 3 của Quy chuẩn này.

4.1.2 Phương thức đánh giá hợp quy thực hiện theo quy định tại mục 3.1 của Quy chuẩn này.

4.1.3 Tổ chức, cá nhân nhập khẩu, phân phối, bán lẻ chỉ được kinh doanh sản phẩm sơn gỗ PU phải đảm bảo chất lượng, có dấu hợp quy và nhãn phù hợp với các quy định tại quy chuẩn này và các quy định hiện hành có liên quan.

4.2 Tổ chức thực hiện

4.2.1 Tổng cục Lâm nghiệp có trách nhiệm phối hợp với các cơ quan chức năng liên quan tổ chức thực hiện Quy chuẩn này, quản lý hoạt động đánh giá sự phù hợp.

4.2.2 Các cơ quan có liên quan thuộc Bộ Nông nghiệp và Phát triển nông thôn, Sở Nông nghiệp và Phát triển nông thôn các tỉnh, thành phố trực thuộc Trung ương và các cơ quan liên quan chịu trách nhiệm tổ chức quản lý chất lượng sản phẩm, hàng hóa sơn gỗ PU trong hoạt động sản xuất, nhập khẩu theo quy định của Quy chuẩn này và các quy định hiện hành của pháp luật.

4.2.3 Cơ quan Hải quan chịu trách nhiệm kiểm tra chứng nhận hợp quy các sản phẩm, hàng hóa nhập khẩu trước khi thông quan.

4.2.4 Trong quá trình thực hiện Quy chuẩn này, nếu có vướng mắc, các tổ chức, cá nhân phản ánh kịp thời về cơ quan quản lý chuyên ngành và Tổng Cục Lâm nghiệp - Bộ Nông nghiệp và Phát triển nông thôn để được hướng dẫn và xử lý.

4.2.5 Trong trường hợp các quy định tại Quy chuẩn này có sự thay đổi, bổ sung hoặc thay thế thì thực hiện theo quy định nêu tại văn bản mới./.

Phụ lục A

(Quy định)

PHƯƠNG PHÁP KIỂM TRA HÀM LƯỢNG CHÌ TRONG SƠN

A.1 Thông tin chung

Phương pháp kiểm tra hàm lượng chì theo tiêu chuẩn CPSC-CH-E1003-09.1 – Quy trình vận hành chuẩn để xác định chì (Pb) trong sơn và các bề mặt phủ tương tự.

A.2 Thiết bị và Vật tư

Các vật liệu được sử dụng để lấy mẫu và phân tích như sau:

1. Axit nitric, kim loại vi lượng
2. Bình phân hủy nhựa dùng một lần, 50 ml hoặc ống nghiệm thủy tinh
3. Máy phân hủy khối nóng hoặc đĩa nóng có khối ống thử nghiệm
4. Lưỡi dao cạo hoặc dao mổ dùng một lần
5. Methylene clorua (tùy chọn)
6. Nước cất
7. Thiết bị phân hủy vi sóng
8. Vật liệu tham chiếu được chứng nhận - CRM (Certified Reference Material) như sơn bột có chì NIST SRMs 2581 và 2582. CRM như NIST SRM 2569 là màng sơn sẽ được sử dụng nếu dùng phương pháp phát huỳnh quang tia X.
9. Chất chuẩn (như yttrium, từ một dung dịch chuẩn của nguyên tố đó phù hợp với các thông số dụng cụ của ICP được sử dụng cho phân tích này)

A.3 Phương pháp phân hủy bằng axit

Phương pháp phân hủy này dựa trên tiêu chuẩn AOAC 974.02 (Chì trong sơn) của Hiệp hội các nhà hóa học phân tích chính thức (AOAC - Association of Official Analytical Chemists). Phương pháp phân hủy bằng vi sóng theo tiêu chuẩn ASTM E1645 cũng có thể được sử dụng thay thế. Phân tích bằng quang phổ plasma kết hợp cảm ứng (ICP) dựa trên tiêu chuẩn ASTM E1613.

1. Để kiểm tra sơn ướt, sơn một lớp mỏng lên phiến kính và sấy khô hoàn toàn trước khi thử nghiệm bằng cách sấy trong tủ sấy ở 105 °C (105 °C + 2 °C) cho đến khi khối lượng không đổi sau 2 lần cân liên tiếp, mỗi lần cân cách nhau 30 phút.
2. Đối với các sản phẩm đã được sơn hoặc phủ một lớp sơn trên bề mặt, cạo để lấy lớp sơn này và phân hủy lượng sơn này, tách riêng khỏi lớp vật liệu nền. Việc cạo lấy lớp màng sơn này cần cẩn thận để hạn chế tối đa lượng chất nền lẫn vào. Có thể cần thêm một vài giọt dung môi, chẳng hạn như metylen clorua, để làm mềm màng sơn và hỗ trợ việc cạo để lấy sơn khỏi chất nền. Nếu được sử dụng, dung môi này phải được làm bay hơi hoàn toàn trước khi đưa vào phân tích. Phần sơn được cạo ra phải đủ mịn để giúp phân hủy triệt để.
3. Cạo khoảng 5 - 100 mg sơn từ sản phẩm. Nếu không thể thu đủ lượng sơn này, có thể cần lấy thêm nhiều mẫu hơn của sản phẩm đó để thu đủ lượng sơn.
4. Chuẩn bị một mẫu trắng và phân hủy và thử một vật liệu sơn tham chiếu tiêu chuẩn, chẳng hạn như của Viện Tiêu chuẩn và Công nghệ Quốc gia (NIST) SRM 2581 - Bột sơn có 0,5% chì hoặc NIST SRM 2582 – bột sơn có 0,02% chì, với mỗi lô mẫu thử nghiệm.
5. Tiến hành phân hủy theo tiêu chuẩn AOAC 974.02 hoặc ASTM E1645 trong một ống nghiệm thủy tinh với khối gia nhiệt hoặc trong bình phân hủy nhựa dùng một lần trong nồi nấu nóng; hoặc trong bình phân hủy phù hợp và hệ thống lò vi sóng phân hủy.

6. Pha loãng mẫu sao cho kết quả Pb nằm trong phạm vi hiệu chuẩn của thiết bị. Hãy cẩn thận không pha loãng mẫu có thể có hàm lượng chì 0,009% Pb xuống dưới giới hạn phát hiện của phương pháp.

7. Phân tích xác định hàm lượng chì trong các mẫu pha loãng bằng máy quang phổ ICP (hoặc máy phổ kế hấp phụ nguyên tử). Quy trình phân tích cho ICP-OES, FLAA (quang phổ hấp phụ nguyên tử ngọn lửa) và GFAA (quang phổ hấp phụ nguyên tử lò graphit) dựa theo phương pháp trong tiêu chuẩn ASTM E1613-04. Phương pháp quang phổ khối plasma kết hợp tự cảm (ICP-MS) cũng có thể được sử dụng với các quy trình thích hợp, chẳng hạn như EPA 6020A.

A.4 Quy trình vận hành ICP và các biện pháp kiểm soát chất lượng

Phân tích

1. Đốt cháy plasma. Thực hiện hiệu chỉnh bước sóng hoặc sắp xếp đèn trên mỗi thiết bị theo khuyến nghị của nhà sản xuất.

2. Cho phép thiết bị ổn định nhiệt trước khi tiếp tục.

3. Đảm bảo nguyên tố và bước sóng sau được chọn trong phương pháp phân tích:

a. Pb 220.353

Một dòng Pb khác như Pb 217.00 nên được sử dụng để đảm bảo nhiễu quang phổ không xảy ra trong quá trình phân tích.

4. Nên sử dụng chất chuẩn như 2 µg / ml yttrium.

5. Thực hiện hiệu chuẩn bằng cách sử dụng mẫu hiệu chuẩn trắng và ít nhất 3 mức chuẩn. Hiệu chuẩn nên được thực hiện tối thiểu một lần một ngày khi máy được sử dụng để phân tích hoặc mỗi lần khi điều chỉnh lại máy đo. Kết quả cho mỗi mức chuẩn phải nằm trong 5% giá trị thực. Nếu các giá trị đo không nằm trong phạm vi này, việc hiệu chuẩn lại là cần thiết.

6. Phân tích mẫu kiểm soát chất lượng (QCS) ngay sau khi hiệu chuẩn. Giá trị phân tích của Pb phải là trong phạm vi $\pm 10\%$ giá trị dự kiến. Nếu giá trị Pb nằm ngoài giới hạn $\pm 10\%$, cần phải hiệu chuẩn lại thiết bị.

a. Ít nhất một mẫu thử trắng thí nghiệm (LRB) phải được phân tích với mỗi bộ mẫu. Nếu giá trị Pb vượt quá 3 lần giới hạn phát hiện của phương pháp (MDL), có thể do nguyên nhân phòng thí nghiệm hoặc thuốc thử bị nhiễm bẩn. Các nguồn gây ô nhiễm cần phải được xác định và giải quyết trước khi tiếp tục phân tích. Các LRB phải ở cùng nồng độ axit với nồng độ axit của mẫu và nên được thực hiện thông qua quy trình phân hủy tương tự như của mẫu vật.

7. Ít nhất một vật liệu tham chiếu được chứng nhận (CRM) phải được phân tích với mỗi lô mẫu. CRM phải có hàm lượng Pb đã biết và là vật liệu tương tự như mẫu thử. Việc thu hồi phân tích phải nằm trong phạm vi $\pm 15\%$ giá trị dự kiến. Nếu lượng thu hồi nằm ngoài giới hạn này, nguồn gốc của vấn đề cần được xác định và giải quyết trước khi tiếp tục phân tích.

8. Pha loãng bất kỳ mẫu nào có giá trị Pb vượt quá 1,5 lần mức hiệu chuẩn cao, và đem phân tích lại.

A.5 Tính toán và báo cáo kết quả

Kết quả cho các phương pháp kiểm tra Pb được tính toán và báo cáo như sau:

1. Tổng nồng độ Pb:

$\%Pb \text{ (khối lượng/ khối lượng)} = 0,10 \text{ cd} / w$

c = nồng độ Pb được phát hiện ($\mu\text{g} / \text{ml}$)

d = thể tích dung dịch pha loãng (ml)

w = khối lượng của mẫu sơn đem đi phân hủy (mg)

Hệ số 0,10 trong công thức này là hệ số chuyển đổi của các đơn vị được sử dụng cho nồng độ ($\mu\text{g} / \text{ml}$) và khối lượng sơn (mg) thành phần trăm và thể hiện cho $100\% \times 1 \text{ mg} / 1000 \mu\text{g}$.

Phụ lục B**(Quy định)****PHƯƠNG PHÁP KIỂM TRA HÀM LƯỢNG VOC TRONG SƠN****B.1 Thông tin chung**

Phương pháp kiểm tra hàm lượng VOC theo tiêu chuẩn TCVN 10370-2:2014 (ISO 11890-2:2007) Sơn và vecni. Xác định hàm lượng hợp chất hữu cơ dễ bay hơi. Phần 2: Phương pháp sắc ký khí.

B.2 Thiết bị, dụng cụ

Sắc ký khí: Thiết bị được lắp đặt và sử dụng theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Tất cả các bộ phận thiết bị tiếp xúc với mẫu đo phải được làm từ vật liệu bền với mẫu và không làm thay đổi thành phần hóa học của mẫu.

Các thiết bị, dụng cụ khác: hệ thống bơm mẫu, lò cột, detector, cột mao quản, thiết bị phân tích định tính, xy lanh bơm mẫu, bộ ghi biểu đồ, bộ tích phân, lọ đựng mẫu, bộ lọc khí, khí.

B.3 Hóa chất**B.3.1 Chất nội chuẩn**

Chất nội chuẩn phải là một hợp chất không có mặt trong mẫu phân tích và tách hoàn toàn với các cấu tử khác trên sắc đồ, trơ với các thành phần của mẫu, bền ở vùng nhiệt độ yêu cầu, có độ tinh khiết biết trước. Những hợp chất như Isobutanol và diethylene glycol dimethylether là các chất nội chuẩn phù hợp trong trường hợp này.

B.3.2 Chất chuẩn

Hợp chất sử dụng làm chất chuẩn phải có độ tinh khiết không nhỏ hơn 99% khối lượng hoặc phải biết trước độ tinh khiết.

B.3.3 Dung môi pha loãng

Sử dụng một dung môi hữu cơ thích hợp để pha loãng mẫu. Dung môi phải có độ tinh khiết không nhỏ hơn 99% khối lượng hoặc phải có độ tinh khiết biết trước và không chứa những chất gây ảnh hưởng đến quá trình xác định,

CHÚ THÍCH: Sử dụng các dung môi như methanol và tetrahydrofuran.

B.3.4 Hợp chất đánh dấu

Nếu thuật ngữ VOC được sử dụng đối với những hợp chất có điểm sôi dưới giới hạn xác định lớn nhất, cần phải sử dụng hợp chất đánh dấu với độ tinh khiết biết trước và có điểm sôi sai lệch trong khoảng $\pm 3^{\circ}\text{C}$ của giới hạn lớn nhất này.

B.4 Lấy mẫu

Lấy mẫu đại diện của sản phẩm được thử (hoặc mỗi sản phẩm trong trường hợp hệ thống màng nhiều lớp) theo qui định trong TCVN 2090:2015 (ISO 15528:2013).

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

B.5 Cách tiến hành**B.5.1 Khối lượng riêng**

Xác định khối lượng riêng của mẫu sơn theo ISO 2811 sẽ cho kết quả chính xác nhất đối với các mẫu thử. Xác định khối lượng riêng tại 23°C .

B.5.2 Hàm lượng nước

Xác định hàm lượng nước theo TCVN 2309:2009 (ISO 760), lựa chọn các chất thử không gây ảnh hưởng đến những hợp chất trong mẫu. Nếu chưa biết thành phần các hợp chất, phân

tích định tính (xem II.5.4.).

B.5.3 Điều kiện sắc ký khí

- Điều kiện sắc ký khí sử dụng phụ thuộc vào sản phẩm phân tích và phải tối ưu hóa trước khi phân tích bằng cách sử dụng hỗn hợp chất chuẩn đã biết.
- Thể tích bơm (bơm mẫu) và tỉ lệ chia dòng phải được điều chỉnh sao cho không vượt quá dung tích của cột và nằm trong khoảng tuyến tính của detector. Pic bất đối xứng chỉ ra tín hiệu hệ thống sắc ký khí bị quá tải.

B.5.4 Phân tích định tính sản phẩm

Nếu chưa biết thành phần các hợp chất hữu cơ có trong mẫu sản phẩm thì phải xác định định tính bằng cách sử dụng hệ thống sắc ký khí ghép nối với detector chọn lọc khối hoặc phổ hồng ngoại chuyển hóa Fourier(FT-IR) có chương trình sắc ký thiết lập tương tự như trong II.5.3.

B.5.5 Hiệu chuẩn

Những hợp chất thích hợp là những hóa chất thương mại. Hệ số đáp ứng được xác định theo qui trình như sau:

- Cân một lượng các hợp chất được xác định trong mục II.5.4. (độ chính xác 0,1 mg) tương đương với hàm lượng chất đó có trong sản phẩm thử nghiệm vào lọ mẫu. Cân một lượng tương tự chất nội chuẩn (xem II.3.1.) cho vào lọ mẫu, pha loãng hỗn hợp với dung môi pha loãng (xem II.3.3.), và bơm mẫu cùng điều kiện như khi phân tích mẫu;
- Tối ưu thông số thiết bị như nêu trong mục II.5.3.
- Bơm lại một lượng phù hợp hỗn hợp hiệu chuẩn vào máy sắc ký khí. Tính hệ số đáp ứng đối với mỗi hợp chất theo công thức (1)

$$r_i = \frac{m_{ci}x A_{is}}{m_{is}x A_{ci}} \quad (1)$$

trong đó

r_i là hệ số đáp ứng của hợp chất i ;

m_{is} là khối lượng của chất nội chuẩn trong hỗn hợp hiệu chuẩn, g;

m_{ci} là khối lượng của hợp chất i trong hỗn hợp hiệu chuẩn, g;

A_{is} là diện tích pic của chất nội chuẩn;

A_{ci} là diện tích pic của hợp chất i ;

B.5.6 Chuẩn bị mẫu

Cân một lượng mẫu phân tích khoảng 1 g đến 3 g (độ chính xác 0,1 mg) và thêm chất nội chuẩn với khoảng hàm lượng tương tự chất phân tích có trong mẫu vào trong lọ đựng mẫu. Pha loãng mẫu thử với một lượng thể tích dung môi pha loãng thích hợp, đóng chặt nắp lọ và đồng nhất hỗn hợp.

B.5.7 Phân tích định lượng các hợp chất

- Đặt thông số thiết bị tối ưu như trong quá trình hiệu chuẩn.
- Nếu các chất VOC cần phân tích có điểm sôi thấp hơn giới hạn giá trị cực đại, xác định thời gian lưu của hợp chất đánh dấu bởi phân tách sắc ký. Thời gian lưu của chất đánh dấu được xác định là thời điểm cuối để xác định các chất VOC trên sắc đồ. Thời gian rửa giải cột sử dụng có liên quan đến điểm sôi của các hợp chất.
- Bơm khoảng 0,1 mL tới 1 mL mẫu thử vào thiết bị sắc ký khí và ghi biểu đồ sắc ký. Xác định diện tích pic của mỗi chất hoặc nêu trong trường hợp xác định VOC sử dụng cho các chất có điểm bay hơi thấp hơn giới hạn giá trị cực đại. Xác định diện tích pic cho tất cả các chất có thời gian lưu nhỏ hơn hợp chất đánh dấu. Xác định khối lượng của tất cả các chất có trong 1 g sản

phẩm sử dụng công thức (2):

$$m_i = \frac{r_i \times A_{ci} \times m_{is}}{m_s \times A_{is}} \quad (2)$$

trong đó:

m_i là khối lượng của hợp chất i trong 1 g sản phẩm, g;

r_i là hệ số phản hồi của hợp chất i (theo công thức (1));

A_{ci} là diện tích pic của hợp chất i ;

A_{is} là diện tích pic của chất nội chuẩn;

m_{is} là khối lượng của chất nội chuẩn trong mẫu thử (xem II.5.5.), g;

m_s là khối lượng của mẫu thử (xem II.5.5.), g;

B.6 Tính kết quả

Tính hàm lượng VOC theo các phương pháp được yêu cầu. Nếu không yêu cầu phương pháp cụ thể, tính hàm lượng VOC theo phương pháp 1. Phương pháp 1 là phương pháp được sử dụng thích hợp vì độ chính xác cao hơn do không liên quan đến việc xác định khối lượng riêng.

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

$$VOC = \sum_{i=1}^{i=n} m_i \times 100 \quad (3)$$

trong đó:

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

m_i là khối lượng của hợp chất i trong 1 g mẫu thử (theo công thức (2)). g;

100 là hệ số chuyển đổi từ khối lượng (gam/gam) sang phần trăm.

- Phương pháp 2, phương pháp 3, phương pháp 4 (xem mục 10.3, 10.4, 10.5 của TCVN 10370-2:2014).

B.7 Biểu thị kết quả

Tính trung bình hai giá trị kết quả (lần lặp lại). Đối với những giá trị lớn hơn 1 % khối lượng, báo cáo kết quả có độ chính xác 0,1 %; đối với những giá trị nhỏ hơn hoặc bằng 1 % Khối lượng, báo cáo kết quả có độ chính xác 0,01 %.