11772-73

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ДИСПЕРСИИ ПОЛИМЕРОВ И СОПОЛИМЕРОВ ВОДНЫЕ

МИКРОФОТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАЗМЕРА ЧАСТИЦ

ГОСТ 11772—73

Издание официальное

Цена 2 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Научно-производственным объединением «Пластполимер»

Генеральный директор **Поляков З. Н.**
Руководители темы и исполнители: **Мартынов М. А., Каширина Н. Б.**

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Член Коллегии **Зимин В. М.**

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ
Отделом химии и нефтепродуктов Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР

Начальник отдела **Пенязь И. В.**
Ст. инженер **Литвин Т. Ф.**

Научным отделом стандартизации продукции химической и нефтеперерабатывающей промышленности Всесоюзного научно-исследовательского института стандартизации (ВНИИС)

Зав. отделом **Медведева Т. В.**
Инженер **Бабушкина И. Н.**

УТВЕРЖДЕН Государственным комитетом стандартов Совета Министров СССР 6 марта 1973 г. (протокол № 26)

Председатель отраслевой научно-технической комиссии зам. председателя Госстандарта СССР **Малышков П. С.**
Члены комиссии: **Белова Е. М., Грейнман С. Б., Лейбчик Л. Г., Милованов А. П., Пенязь И. В., Степанов А. В., Ушаков В. П.**

ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 5 апреля 1973 г. № 834

УДК 678.744.422 : 620.18(083.74) Группа Л29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ДИСПЕРСИИ ПОЛИМЕРОВ И СОПОЛИМЕРОВ ВОДНЫЕ

Микрофотографический метод определения размера частиц

Dispersions of polimers and copolimers aqueous. Microphotographic method for the determination of particlessitze

ГОСТ 11772—73

Взамен ГОСТ 11772—66

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 5 апреля 1973 г. № 834 срок действия установлен

с 01.07. 1974 г.
до 01.07. 1979 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на водные дисперсии полимеров и сополимеров и устанавливает микрофотографический метод определения размера частиц.

Метод применим для водных дисперсий со сферическими частицами диаметром от 1 до 50 мкм.

1. АППАРАТУРА И МАТЕРИАЛЫ

1.1. Для определения размера частиц водных дисперсий полимеров и сополимеров применяются:

полный комплект биологического микроскопа МБИ или микроскоп типа МБР и МИН-8, МИН-9 с микрофотонасадкой МФН-12 по ГОСТ 8284—67;

объект-микрометр по ГОСТ 7513—55;

фотоувеличитель;

спирт этиловый синтетический по ГОСТ 11547—65 или

спирт технический гидролизный по ГОСТ 17299—71;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

бумага фотографическая по ГОСТ 10752—64, № 3—7;

фотопленки фотографические по ГОСТ 5554—70, чувствительностью 65, 130 единиц;

стекло предметное 40×40×1,5 мм по ГОСТ 9284—59;

стекло покровное 20×20 мм по ГОСТ 6672—59.

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. На предметное стекло, протертое бязью или батистом, смоченными этиловым спиртом, наносят тонкий слой раствора водной дисперсии и сверху покрывают покровным стеклом. Дисперсию разбавляют дистиллированной водой до тех пор, пока не появляется возможность наблюдать единичные частицы.

2.2. В тубус микроскопа вводят окуляр 20× увеличением, в револьвер объективов — объектив планахромат 20×0,40. В апертурную диафрагму устанавливают матовое стекло. Фотокамеру, позволяющую получить кадр размером 24×36 мм, заряжают фотопленкой. Фотокамера крепится зажимным винтом к фототубусу микроскопа.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. На столик микроскопа помещают предметное стекло с препаратом водной дисперсии и ведут наблюдение. При помощи микрометрического винта добиваются резкого изображения наблюдаемого поля, затем выбирают поле с четким изображением отдельных частиц, устанавливают рамку, переводят выключатель призмы в положение «выключено», дают максимальное освещение и нажимают на кнопку спуска затвора фотокамеры. С поля делают не менее трех снимков. После того, как сфотографировано нужное количество препаратов, фотокамеру с микроскопа снимают и разряжают в темноте.

Негатив, полученный при съемке, имеет 225× увеличение.

3.2. Фотоснимки водной дисперсии должны иметь 800× увеличение. Поэтому полученные негативы размером 24×36 мм доводят до указанного увеличения при помощи фотоувеличителя.

3.3. Увеличение полученного фотоснимка контролируют негативом объект-микрометра размером 24×36 мм. Для этого объект-микрометр помещают на предметный столик микроскопа, при помощи микрометрического винта добиваются резкого изображения шкалы объект-микрометра с ценой деления 0,01 мм и фотографируют. Негатив обрабатывают. Затем негатив с изображением шкалы объект-микрометра помещают в кадровое окно фотоувеличителя. Фотоувеличитель включают в сеть и проектируют негатив с изображением шкалы объект-микрометра на фотоэкран (увеличительную рамку). С помощью фотоувеличителя подбирают увеличение так, чтобы одно деление объект-микрометра негатива пленки было 8 мм, что соответствует 800× увеличению. На фотоэкран увеличителя помещают фотобумагу и печатают фотоснимок шкалы объект-микрометра. Снимок объект-микрометра делают один раз и пользуются им для контроля увеличения постоянно.

Фотоснимок шкалы объект-микрометра помещают на фотоэкран увеличителя. Перемещением фонаря фотоувеличителя по вертикали добиваются совпадения проекции делений негатива шкалы объект-микрометра с делениями объекта-микрометра фотоснимка. Добившись совпадений, фотоснимок с фотоэкрана снимают, а на его место помещают фотобумагу. В кадровом окне фотоувеличителя перемещают фотопленку на кадр с препаратом водной дисперсии и проектируют его на фотобумагу. Позитив обрабатывают в обычном порядке.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Цену деления миллиметровой линейки (X) в микрометрах при визуальном определении размера частицы с фотоснимка вычисляют по формуле

$$X = \frac{A}{B},$$

где A — 1 мм измерительной линейки при 1000 мкм;

B — кратность увеличения при фотографировании водной дисперсии.

4.2. Для определения размера частиц водной дисперсии миллиметровую линейку прикладывают строго по центру к четко обозначенной на полученном фотоснимке частице водной дисперсии и определяют число делений, которое занимает в поперечнике частица. Измерения ведут только на переднем плане фотоснимка.

Размер частиц водной дисперсии (X_1) в микрометрах вычисляют по формуле

$$X_1 = X \cdot n,$$

где X — цена деления миллиметровой линейки, мкм;

n — число делений миллиметровой линейки, которое занимает частица в поперечнике.

4.3. Полидисперсность водной дисперсии характеризуется тремя показателями, сведенными в рабочую таблицу: размером частиц, числом частиц данного размера и отношением частиц данного размера к общему числу измеренных частиц.

4.4. Для статистической обработки результатов измеряются 25 частиц подряд на фотоснимке.

4.4.1. Среднее арифметическое значение размера частиц ($\overline{X}$) в микрометрах вычисляют по формуле

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2 + \ldots + X_{25}}{25},$$

где X_1, X_2 и т. д. — размеры каждой частицы, мкм.

4.4.2. Среднее квадратическое отклонение размеров частиц (σ) в микрометрах вычисляют по формуле

$$\sigma = \sqrt{\frac{(X_1-\overline{X})^2+(X_2-\overline{X})^2+\ldots+(X_{25}-\overline{X})^2}{25}}.$$

4.4.3. Среднее абсолютное отклонение размера частиц (a) в микрометрах вычисляют по формуле

$$a = \frac{|X_1-\overline{X}|+|X_2-\overline{X}|+\ldots+|X_{25}-\overline{X}|}{25},$$

где $|X_1-\overline{X}|$ — абсолютное отклонение размера отдельной частицы.

4.4.4. Относительное отклонение (ξ) в процентах вычисляют по формуле

$$\xi = \frac{a \cdot 100}{\overline{X}}.$$

4.4.5. Проверяется соотношение $a \geqslant 0{,}75\sigma$. Если это условие выполняется, то 25 проделанных измерений достаточно, чтобы утверждать что средний размер частиц водной дисперсии, вычисленный с вероятностью 0,99 и абсолютным a, относительным ξ и средним квадратическим σ отклонениями равен X.

4.4.6. Если $0{,}5\sigma < a < 0{,}75\sigma$, то число измерений следует увеличить до 50.

Если $a \leqslant 0{,}5\sigma$, то число измерений должно быть равно 100. При числе испытаний равным 50 или 100, величин $\overline{X}$, a и ξ вычисляют заново.

4.5. Результаты испытаний записывают в протокол, который должен содержать.

а) название материала, его марку, номер партии;
б) рабочую таблицу полидисперсности образца;
в) средний размер частиц, мкм;
г) среднее абсолютное отклонение размера частиц, мкм;
д) относительное отклонение, %;
е) дату испытания;
ж) обозначение настоящего стандарта.

Редактор *Н. Е. Шестакова*
Технический редактор *С. Ю. Миронова*
Корректор *Л. А. Пономарева*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. 13.04.73 Подп. в печ. 26.04.73. 0,375 п. л. Тир. 6000

Издательство стандартов. Москва, Д-22, Новопресненский пер., 6
Тип. «Московский печатник». Москва, Лядин пер., 6. Зак. 729