ГОСТ Р 50563.1—93
(ИСО 8780—1—90)

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПИГМЕНТЫ И НАПОЛНИТЕЛИ

МЕТОДЫ ДИСПЕРГИРОВАНИЯ ДЛЯ ОЦЕНКИ ХАРАКТЕРИСТИК ДИСПЕРГИРУЕМОСТИ. ВВЕДЕНИЕ

Издание официальное

БЗ 10—92/984

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН ТК 221 «Пигменты, лакокрасочные воднодисперсионные, судового и строительного назначения»**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Госстандарта России от 28.04.93 № 120

   Стандарт подготовлен методом прямого применения ИСО 8780—1—90 «Пигменты и наполнители. Методы диспергирования для оценки характеристик диспергируемости. Введение»

3. **Срок проверки** — 2000 г.
   Периодичность проверки — 5 лет

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер приложения
ИСО 8781.1—90	Приложение 1
ИСО 8781.2—90	Приложение 2
ИСО 8781.3—90	Приложение 3
ГОСТ 896—69	Приложение 3
ГОСТ 6589—74	Приложение 2
ГОСТ 9733.0—83	Приложение 1
ГОСТ 9808—84	Приложение 1
ГОСТ 16872—78	Приложение 1
ГОСТ Р 50563.2—93	Раздел 2
ГОСТ Р 50563.3—93	Раздел 2
ГОСТ Р 50563.4—93	Раздел 2
ГОСТ Р 50563.5—93	Раздел 2
ГОСТ Р 50563.6—93	Раздел 2

Редактор *Т. П. Шашина*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректор *В. И. Варенцова*

Сдано в наб. 24.05.93. Подп. к печ. 25.08.93. Усл. п. л. 0,70. Усл. кр.-отт. 0,70. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 371 экз. С529

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 345

УДК 667.622.01.4:006.354 Группа Л19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПИГМЕНТЫ И НАПОЛНИТЕЛИ

Методы диспергирования для оценки характеристик диспергируемости. Введение

Pigments and extenders — Methods of dispersion for assessment of dispersion characteristics. Introduction.

ГОСТ Р 50563.1—93 (ИСО 8780—1—90)

ОКСТУ 2320

Дата введения 01.01.95

1. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт является введением к сборнику стандартов, устанавливающих методы диспергирования пигментов и наполнителей. (далее — только «пигментов»), применяемых при оценке диспергируемости.

Методы оценки диспергируемости установлены в приложениях 1—3. С помощью различных методов проводят сравнение диспергируемости аналогичных пигментов, например испытуемого пигмента с согласованным пигментом-эталоном.

Полученные результаты позволяют сделать вывод о процессе диспергирования в производственных условиях, если они соответствуют условиям диспергирования при испытании.

2. ССЫЛКИ

ГОСТ Р 50563.2 «Пигменты и наполнители. Методы диспергирования для оценки характеристик диспергируемости. Диспергирование в вибрационной мельнице».

ГОСТ Р 50563.3 «Пигменты и наполнители. Методы диспергирования для оценки характеристик диспергируемости. Диспергирование в мельнице с высокоскоростной мешалкой».

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1993

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта России

ГОСТ Р 50563.4 «Пигменты и наполнители. Методы диспергирования для оценки характеристик диспергируемости. Диспергирование в бисерной мельнице».

ГОСТ Р 50563.5 «Пигменты и наполнители. Методы диспергирования для оценки характеристик диспергируемости. Диспергирование в автоматической краскотерке».

ГОСТ Р 50563.6 «Пигменты и наполнители. Методы диспергирования для оценки характеристик диспергируемости. Диспергирование в трехвалковой мельнице».

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

В сборнике стандартов на методы диспергирования применяют следующие определения:

3.1. Пигментная паста: смесь пленкообразующих, растворителей, пигментов и добавок.

3.2. Степень перетира: степень, до которой измельчены и распределены частицы пигмента в пленкообразующем под влиянием механического воздействия в определенных условиях.

3.3. Диспергируемость: степень перетира пигмента (п. 3.2), при которой он стал неизменным при определенных условиях.

Примечание. Диспергируемость пигмента зависит от пленкообразующего, в котором он диспергируется, метода диспергирования и состава пигментной пасты.

3.4. Легкость диспергирования: скорость достижения данной степени перетира в процессе диспергирования пигмента в пленкообразующем.

Примечание. Легкость диспергирования может быть определена по изменению красящей способности (приложение 1), изменению степени перетира (приложение 2), изменению глянца (приложение 3).

3.5. Агрегат: совокупность частиц пигмента, соединенных между собой в одно целое так, что ее невозможно разрушить в процессе получения красок, в том числе типографских.

3.6. Агломерат: совокупность первичных частиц или агрегатов, а также их смесей, соединенных между собой так, что она может быть разрушена в процессе получения красок, в том числе типографских.

4. МЕТОДЫ ДИСПЕРГИРОВАНИЯ И ОЦЕНКИ

4.1. Предварительное соглашение

Предварительно между заинтересованными сторонами должна быть достигнута договоренность относительно условий, влияющих на результат испытания:

применяемого пленкообразующего;

метода или методов испытания;

метода или методов оценки.

4.2. Пленкообразующее

В настоящем стандарте невозможно конкретно указать применяемое пленкообразующее ввиду разнообразия пленкообразующих, свойства которых широко варьируются.

В остальных стандартах сборника в зависимости от выбранного метода диспергирования даны рекомендации по выбору соответствующего пленкообразующего.

4.3. Методы диспергирования

В связи с разнообразием типов оборудования и условий перетира, применяемых на практике при диспергировании пигментов, невозможно точно указать единственный метод получения дисперсии для испытания. В других стандартах сборника даны методы диспергирования пигментов в условиях, аналогичных промышленным.

4.4. Методы оценки

Существует несколько методов оценки диспергируемости пигмента в пленкообразующем (приложения 1—3).

При диспергировании в каждом конкретном случае необходимо выбрать соответствующий метод оценки.

4.5. Точность

Сведения о точности методов оценки, указанных в приложениях 1—3, в настоящем стандарте не приведены из-за зависимости результатов испытания от выбора пленкообразующего и метода диспергирования.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

ПИГМЕНТЫ И НАПОЛНИТЕЛИ. МЕТОДЫ ОЦЕНКИ ДИСПЕРГИРУЕМОСТИ. ЧАСТЬ 1. ОЦЕНКА ПО ИЗМЕНЕНИЮ КРАСЯЩЕЙ СПОСОБНОСТИ ЦВЕТНЫХ ПИГМЕНТОВ (ИСО 8781—1—90)

6. Материалы

6.1. Белый пигмент

Тип используемого белого пигмента должен быть согласован между заинтересованными сторонами и совместим с пленкообразующим, используемым при получении дисперсии цветного пигмента.

Если нет особых указаний, необходимо использовать двуокись титана марки Р 2, отвечающую требованиям ГОСТ 9808*.

6.2. Дисперсия белого пигмента

В результате диспергирования получают дисперсию белого пигмента (п. 6.1) в пленкообразующем, согласованном между заинтересованными сторонами.

Концентрация пигмента в дисперсии также должна быть согласована

Примечание. В низковязких дисперсиях оптимальным является содержание двуокиси титана около 20%, в высоковязких — около 40%.

7. Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и стеклянная посуда, а также:

7.1. Весы с точностью взвешивания до 0,1 мг.

7.2. Аппликатор, позволяющий получать пленки необходимой толщины (п. 8.2).

7.3. Подложки, на которые наносят разбеленные дисперсии.

В качестве подложки могут быть использованы окрашенные карты или стеклянные пластинки.

7.4. Черно-белые контрастные карты для проверки толщины пленки нанесенной разбеленной дисперсии (п. 8.2).

7.5. Автоматическая краскотерка для получения разбеленной дисперсии при использовании высоковязкого пленкообразующего или лабораторный стакан (стеклянный или полиэтиленовый) для получения разбеленной дисперсии при использовании низковязкого пленкообразующего.

7.6. Спектрофотометр, спектральный диапазон работы которого находится в пределах от 400 до 700 нм, или фотометр с фильтрами, соответствующими цвету испытуемого пигмента, или трехцветный колориметр.

7.7. Картонный шаблон толщиной 0,5—0,8 мм с круглым отверстием диаметром, равным диаметру отверстия фотометра (п. 7.6), для проведения измерений на влажных пленках.

---

* Допускается пользоваться стандартом до прямого введения в него ИСО 591.

8. Методика определения

8.1. Приготовление разбеленной дисперсии

8.1.1. Для получения пигментной дисперсии выбирают соответствующую методику. Отбирают порции дисперсии цветного пигмента на выбранных стадиях диспергирования (п. 10.1).

8.1.2. Определенные количества дисперсии цветного и белого пигментов (п. 6.2) взвешивают с точностью до 0,5% (или выше) и перемешивают их по методике, указанной в п. 8.1.3, с целью получения разбеленной дисперсии с соответствующей глубиной тона.

Примечание. Оптимальная глубина тона соответствует эталону между $^1/_3$ и $^1/_{25}$ глубин эталонов для текстиля по ГОСТ 9733.0, при этом коэффициент отражения расположен между 15 и 50%.

8.1.3. Для перемешивания используют одну из следующих методик:

а) Низковязкую дисперсию готовят в лабораторном стакане (п. 7.5), смешивая с помощью стеклянной палочки или шпателя дисперсию цветного пигмента с дисперсией белого пигмента до тех пор, пока смесь не станет гомогенной. Смешивание проводят тщательно и равномерно, избегая чрезмерного сдвига, периодически возвращая в смесь материал, прилипший к мешалке.

б) Высоковязкую дисперсию готовят в автоматической краскотерке, смешивая дисперсию цветного пигмента с дисперсией белого пигмента, не прикладывая нагрузки к верхнему диску. Взвешенные порции дисперсий цветного пигмента помещают на нижний диск автоматической краскотерки и перемешивают с помощью шпателя, прилагая минимальное усилие.

Примечание. Рекомендуется взвешивать пигментные дисперсии на прозрачной пластмассовой пластине. Затем основную массу дисперсии переносят шпателем на нижний диск, а оставшуюся часть соскабливают с пластины на верхний диск.

Распределяют дисперсию в нескольких точках на расстоянии примерно 35 мм от центра нижнего диска или в виде кольца с внутренним диаметром 4 мм и наружным диаметром 100 мм.

Примечание. Под стеклянную пластину желательно подложить бумажное кольцо соответствующих размеров.

Опускают верхний диск и перемешивают без нагрузки в четыре стадии (каждая по 25 оборотов). После каждой стадии смесь гомогенезируют шпателем и вновь распределяют дисперсию на нижнем диске, как указано выше. Высоковязкие дисперсии не смешивают с низковязкими дисперсиями.

8.1.4. Получают разбеленную дисперсию с согласованным пигментом-эталоном по той же методике.

8.2. Оценка разбеленной дисперсии

Первоначально наносят разбеленную дисперсию на контрольную карту для визуального определения минимальной толщины, обеспечивающей полную укрывистость карты.

Затем с помощью аппликатора (п. 7.2) наносят последовательно на отдельные подложки (п. 7.3) разбеленные дисперсии испытуемого образца и согласованного пигмента-эталона минимальной толщины.

Толщина мокрой пленки более 100 мкм влечет за собой опасность всплывания. Если толщина мокрой пленки 100 мкм, но не обеспечивает получение укрывистой пленки, необходимо нанести вторую и, возможно, третью пленку после высыхания первой.

Когда пленка становится липкой, проводят дальнейшее испытание. Испытание растиранием позволяет определить наличие расслоения пигмента (например, всплытие или флокуляцию). Слегка потирают пальцем небольшой участок каждой пленки. Сравнивают визуально разницу в глубине тона между потертым и нетронутым участками пленки.

Примечание. Нанесение разбеленной дисперсии способом, характеризующимся высоким сдвигом (например, пистолетом-распылителем), дает пленку, которая обнаруживает меньший эффект растирания, чем у пленки, нанесенной аппликатором.

Если оговорено, высушивают пленку в согласованных или точно определенных условиях. В остальных случаях проводят фотометрические измерения (разд. 9) на разбеленных дисперсиях, которые были последовательно получены в одной и той же серии испытаний.

9. Измерение с помощью фотометра

Отражение или коэффициент отражения у нетронутого пальцем участка поверхности пленки измеряют с помощью фотометра или спектрофотометра.

При использовании спектрофотометра изменяют длину волны света от 400 до 760 нм до тех пор, пока не получат минимальное значение ρ_∞ или R_∞, и проводят измерение при данной длине волны.

При использовании фотометра с фильтром или трехцветного колориметра выбирают фильтр, который ограничивает измерения длинами волн, близкими к длине волны, при которой наблюдается максимальное поглощение света пленкой.

В пределах одной серии сравнительных испытаний используют одну и ту же длину волны или фильтр, выбранные при максимальном уровне диспергируемости разбеленной дисперсии согласованного пигмента-эталона. Записывают значение ρ_∞ или R_∞. По измеренным значениям получают соответствующие значения K/S, которые вычисляются по формуле

$$\frac{K}{S} = \frac{(1-\rho_\infty)^2}{\rho_\infty},$$

где K — коэффициент поглощения;
S — коэффициент рассеяния;
ρ_∞ — отражательная способность.

Примечание. В целях информации могут быть использованы и фотометрические измерения участков поверхности, которые терли пальцем, что должно быть согласовано между заинтересованными сторонами.

10. Обработка результатов

В этом пункте t_i означает величину, которую представляет собой работа, проведенная по диспергируемости в стадии i. Она может быть выражена через время, число оборотов диспергирующего аппарата, число проходов материала через трехвалковую мельницу или просто число стадий.

10.1. Изменение красящей способности

Около конечной красящей способности выбирают две согласованные стадии диспергирования 1 и 2. Рассчитывают изменение красящей способности между этими двумя стадиями до ближайшего целого числа по формуле

$$IS = \left[\frac{(K/S)_2}{(K/S)_1} - 1\right] \cdot 100,$$

где IS — изменение красящей способности, %;

$(K/S)_1$ — значение K/S в конце стадии 1;

$(K/S)_2$ — значение K/S в конце стадии 2.

При сравнении изменения красящей способности у разных пигментов необходимо использовать одни и те же стадии 1 и 2. Эти стадии должны быть указаны в протоколе о проведении испытания.

10.2. График изменения красящей способности

Наносят на график значения K/S, полученные в соответствии с разд. 9, как функцию от t_i.

График изменения красящей способности используют для оценки легкости диспергирования. Если график изменения красящей способности проходит через максимум (или график обратных значений K/S и t_i проходит через минимум), имеет место очень тонкий помол, флокуляция или рекристаллизация. График обратных значений предпочтительнее, так как он представляет собой прямую линию. Экстраполирование линии до $1/t_i = 0$ ($t_i = \infty$) дает конечную красящую способность, которую нужно определить. На легкость диспергирования указывает пологий наклон графика, на трудность диспергирования — более крутой наклон (т. е. значительное изменение красящей способности).

11. Выражение результатов

Если изменение красящей способности IS составляет от 0 до 20, то разницу в диспергируемости испытуемого образца и согласованного пигмента-эталона считают незначительной, если оно не более 7.

Если диапазон значений IS находится между 50 и 100, разницу нужно считать значительной, когда она больше 12.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

ПИГМЕНТЫ И НАПОЛНИТЕЛИ. МЕТОДЫ ОЦЕНКИ ДИСПЕРГИРУЕМОСТИ. ЧАСТЬ 2. ОЦЕНКА ПО ИЗМЕНЕНИЮ СТЕПЕНИ ПЕРЕТИРА (ИСО 8781—2—90)

5. Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и стеклянная посуда, а также

5.1. Гриндометр для измерения степени перетира, отвечающий требованиям ГОСТ 6589* (максимальная глубина канавки — 50 мкм или 100 мкм, в зависи-

* Допускается пользоваться стандартом до прямого введения в него ИСО 1524.

мости от пигмента или наполнителя и получающейся степени перетира, но предпочтительно 50 мкм).

5.2. Шпатель.

6. Методика определения

6.1 Диспергирование

Каждый образец пигмента диспергируют в согласованном пленкообразующем при согласованной концентрации по одному из методов, описанных в настоящем стандарте. Диспергирование пигментной пасты проводят минимум в четыре стадии, при этом выбирают промежуточные стадии так, чтобы они были примерно в геометрической прогрессии.

Конечная стадия должна быть выбрана таким образом, чтобы степень перетира испытуемого пигмента была лучше или такой же, как у согласованного пигмента-эталона. Промежуточные стадии должны соответствовать последовательному делению пополам периода времени, требующегося для получения конечной стадии.

Если легкость диспергирования пигмента, подлежащего испытанию в данных условиях, неизвестна и, таким образом, нельзя определить максимальную работу диспергирования, то ее необходимо определить в ходе предварительных исследовательских испытаний. Степени перетира, определенные при предварительных испытаниях, наносят на график, используя логарифмические масштабы для обеих осей, и экстраполируют линию, соединяющую нанесенные на график значения, с целью получения заданного уровня диспергируемости. Затем выбирают промежуточные стадии диспергирования.

Примечание. Степень перетира 5 мкм может считаться пригодным заданным уровнем диспергируемости, хотя для менее легко диспергируемых пигментов можно считать приемлемым значения от 10 до 20 мкм.

6.2. Определение степени перетира

После каждой стадии диспергирования отбирают с помощью шпателя небольшие количества дисперсии и определяют степень перетира по ГОСТ 6589*.

Если степень перетира после последней из точно определенных стадий диспергирования не соответствует заданному уровню, поступают так, как указано в п. 7.2.

7. Обработка результатов

7.1. На график наносят значения степени перетира в микрометрах, полученные по п. 6.2, как функцию дифференциальных стадий диспергирования, которые могут быть выражены временем, числом оборотов и т. д., используя логарифмический масштаб для обеих осей. Нанесенные точки соединяют ровной кривой.

Примечание. Обычно этим способом получают почти линейные кривые. Методом интерполирования определяют работу, необходимую для получения заданной степени перетира, выражая результат временем перетира, числом оборотов автоматической краскотерки и т. д.

---

* Допускается пользоваться стандартом до прямого введения в него ИСО 1524.

7.2. Если заданная степень перетира не достигнута, указывают тонину помола, измеренную после конечной стадии диспергирования, в качестве степени перетира, максимально достижимую на практике.

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Обязательное

ПИГМЕНТЫ И НАПОЛНИТЕЛИ. МЕТОДЫ ОЦЕНКИ ДИСПЕРГИРУЕМОСТИ. ЧАСТЬ 3. ОЦЕНКА ПО ИЗМЕНЕНИЮ ГЛЯНЦА (ИСО 8781—3—90)

5. Аппаратура

Обычное лабораторное оборудование и стеклянная посуда, а также

5.1. Подложка, например стеклянные пластинки для красок или мелованная бумага для типографских красок.

5.2. Устройство, пригодное для нанесения пленки одинаковой толщины на подложку (п. 5.1), например пистолет-распылитель или аппликатор.

5.3. Блескомер, отвечающий требованиям ГОСТ 896* и имеющий согласованный угол падения и отражения.

5.4. Вентилируемая печь (если потребуется).

6. Методика определения

6.1. Получение пигментной дисперсии

6.1.1. *Диспергирование*

Пигмент диспергируют в согласованном пленкообразующем при согласованной концентрации по одному из способов, указанных в настоящем стандарте.

Для нанесения на график кривой изменения глянца, как описано в разд. 7, на каждой из согласованных стадий диспергирования отбирают достаточное количество дисперсии, позволяющее получить пленки для измерения глянца.

Если удаление порций дисперсии вызывает значительное изменение условий диспергирования, например, вследствие изменения отношения пигментная паста — мелящие тела, нужно сделать отдельные пигментные пасты для каждой стадии диспергирования, при этом каждая из этих пигментных паст должна быть диспергирована в одних и тех же условиях.

6.1.2. *Корректировка состава пигментных паст*

Если состав пигментных паст не соответствует составу конечной пленки, предварительно перед получением дисперсии добавляют недостающие ингредиенты. Тщательно перемешивают пасту, предпочтительно с помощью высокоскоростной мешалки, при этом перемешивание не должно быть столь энергичным, чтобы влиять на состояние дисперсии. Методику и последовательность добавления компонентов выбирают такими, чтобы избежать флокуляции или расслоения.

---

* Допускается пользоваться стандартом до прямого введения в него ИСО 2813.

6.2. Получение пленок для измерения глянца

6.2.1. *Нанесение лакокрасочного материала*

Условия нанесения оказывают большое влияние на глянец и, следовательно, должны быть согласованы между заинтересованными сторонами.

При согласованных условиях наносят на подложку порцию дисперсии, откорректированную, как указано в п. 6.1.2, обеспечив отсутствие любых дефектов на поверхности пленки.

Примечание. Степень диспергирования и, следовательно, глянец могут претерпевать изменения вследствие флокуляции, вторичного смачивания и т. д. Следовательно, легкость диспергирования, определяемая методом, описанным в приложениях 1—3, также является показателем стабильности системы пигмент — пленкообразующее.

6.2.2. *Холодная или горячая сушка*

Условия холодной или горячей сушки лакокрасочного материала могут влиять на глянец и должны быть согласованы между заинтересованными сторонами.

Окрашенную подложку подвергают сушке (холодной или горячей) без вентиляции или в вентилируемой печи (п. 5.4) в согласованных условиях.

В процессе сушки все накраски, полученные в ходе одной и той же серии испытаний, должны иметь одну и ту же ориентацию, т. е. располагаться либо вертикально, либо горизонтально.

6.3. Измерение глянца

После горячей или холодной сушки трижды измеряют глянец у образцов по ГОСТ 8905* и рассчитывают среднее арифметическое значение результатов трех определений.

При проведении одной и той же серии измерений геометрические условия должны быть неизменными (для одной и той же кривой изменения глянца).

Примечание. Для измерения глянца у типографских красок предпочтительно использовать угол в 45°.

Если заданный уровень глянца не получен после последней стадии диспергирования, поступают так, как указано в п. 7.2.

7. Обработка результатов

7.1. Наносят на график средние значения уровня глянца, полученные по п. 6.3, как функцию стадии диспергирования, которая может быть выражена временем, числом оборотов и т. д. Полученные точки соединяют по возможности ровной кривой. Для получения линейной зависимости наносят на график обратные значения уровня глянца и обратные значения стадий диспергирования.

Методом интерполирования определяют работу, необходимую для получения заданного значения уровня глянца, выражая результаты временем перетира, числом оборотов автоматической краскотерки и т. д.

7.2. Если заданный уровень глянца не достигнут, берут значение уровня глянца, измеренное на конечной стадии диспергирования, в качестве глянца, максимально достижимого на практике.

---

* Допускается пользоваться стандартом до прямого введения в него

gost.e-ecolog.ru