

Изменение № 2 ГОСТ 16872—78 Пигменты неорганические. Методы определения относительной красящей способности

Утверждено и введено в действие Постановлением Госстандарта России от 26.03.92 № 267

Дата введения 01.10.92

Наименование стандарта изложить в новой редакции: «**Пигменты неорганические. Методы определения относительной красящей способности (или эквивалентной красящей способности) и цвета в разбеле цветных пигментов**

Inorganic pigments, Methods for determination of relative tinting power (or equivalent colouring value) and colour on reduction of coloured pigments».

По всему тексту стандарта заменить слова: «утвержденный образец» на «контрольный образец».

Вводная часть. Первый абзац. Заменить слова: «относительной красящей способности» на «относительной (или эквивалентной) красящей способности и цвета в разбеле»;

третий абзац исключить;

дополнить абзацем: «Допускается определение относительной (или эквивалентной) красящей способности и цвета в разбеле проводить по ИСО 787/16—86 (см. приложение 3)».

Разделы 1, 2. Наименования изложить в новой редакции: «**1. Визуальный метод определения относительной красящей способности**», «**2. Инструментальный метод определения относительной красящей способности**».

Пункт 1.1. Четвертый абзац изложить в новой редакции: «**Пластинка стеклянная специального назначения размером 45×60 или 90×120 мм по ТУ 21—0284461—58—90**»;

восьмой абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 202—76 на ГОСТ 202—84;

(Продолжение см. с. 110)

(Продолжение изменения к ГОСТ 16872—78)

девятый абзац. Заменить слово: «Образцы» на «Контрольные образцы»;
десятый абзац изложить в новой редакции: «Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г».

Пункты 2.1.1 (четвертый абзац), 2.3.1 (шестой абзац). Заменить ссылку: ГОСТ 7721—76 на ГОСТ 7721—89.

Стандарт дополнить приложением — 3:

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Рекомендуемое

ИСО 787/16—86 «Общие методы испытания пигментов и наполнителей. Часть 16. Определение относительной красящей способности (или эквивалентной красящей способности) и цвета в разбеле цветных пигментов. Метод визуального сравнения»

Настоящий стандарт приведен в соответствие с фотометрическим методом определения относительной красящей способности и цвета при разбеле цветных пигментов.

Красящая способность цветных пигментов зависит от объема работы при приготовлении дисперсии. Для определения относительной красящей способности двух цветных пигментов необходимо осуществлять сравнение при максимальном уровне ее проявления. При данном методе, включающем использова-

(Продолжение см. с. 111)

ние автоматической краскотерки, на проявление красящей способности влияют прилагаемая сила, число оборотов, диспергирующая среда, объем смеси и рожность смеси.

В п. 8.2 определены условия, при которых может быть получена максимальная красящая способность на автоматической краскотерке. Если для пигментов эти условия известны, то нет необходимости проводить определение, следует сразу переходить к методам, указанным в пп. 8.3—8.5.

Методика испытания состоит из следующих четырех частей:

- а) определение условий диспергирования цветного пигмента и соотношения цветного и белого пигментов (п. 8.2);
- б) приготовление пасты цветного пигмента (п. 8.3);
- в) приготовление разбеленной пасты (п. 8.4);
- г) сравнение цвета в разбеле двух смесей, полученных из испытуемого пигмента и согласованного эталона (п. 8.5).

Данный метод предназначен для использования в спорных случаях. По согласованию с заинтересованными сторонами допускается использование других связующих и белых пигментов.

При применении метода, описанного в настоящем стандарте, необходимо использовать следующую дополнительную информацию, полученную из международных или национальных стандартов, документов, связанных с испытуемым продуктом или по согласованию с заинтересованными сторонами:

- а) используемое связующее (п. 5.1);
- б) объем смеси пигмента и наполнителя (должен быть около 2 мл);
- в) соотношение пигмента и связующего;
- г) соотношение белого и цветного пигментов;
- д) прилагаемая максимальная сила;
- е) число оборотов.

1. Назначение и область применения

Стандарт устанавливает общий метод сравнения красящей способности и цвета при разбеле двух аналогичных цветных пигментов, результаты испытаний выражаются в «относительной красящей способности» или в «эквивалентной красящей способности»

Примечания:

1. Если настоящий метод может быть применен к данному пигменту, то в стандарте на конкретный пигмент следует дать ссылку на настоящий стандарт с указанием всех отступлений, внесенных в метод с учетом специфических свойств испытуемого пигмента. Специальный метод сравнения красящей способности или цвета при растирании может применяться только в том случае, если общий метод не применим для данного пигмента или наполнителя.

2. Данный метод не следует использовать для желтых пигментов, у которых с помощью белой пигментной пасты трудно оценить красящую способность. В этом случае используют синюю пигментную пасту и сравнивают интенсивность цвета и оттенок полученных зеленых паст. Выбор синих и белых пигментов для синей пигментной пасты и ее состав согласуют между заинтересованными сторонами.

2. Ссылки

ГОСТ 9808—84* Двоокись титана пигментная. Технические условия.
ГОСТ 9580.2—83* Материалы лакокрасочные. Отбор проб для испытаний.
ГОСТ 6589—74** Материалы лакокрасочные. Метод определения степени перетира прибором «Клин» (грядометр).

* Допускается применение стандарта до прямого применения международных стандартов ИСО 591, ИСО 842 соответственно.

** Допускается применение стандарта до прямого применения международных стандартов ИСО 1524, ИСО 3219, ИСО 3262, ИСО 3682, ИСО 4629 соответственно.

ГОСТ 25276—82* Полимеры. Метод определения вязкости ротационным вискозиметром при определении скорости сдвига.

ГОСТ 14922—77* Аэросил. Технические условия

ГОСТ 29319—92 Материалы лакокрасочные. Метод визуального сравнения цвета.

ГОСТ 23955—80* Материалы лакокрасочные. Методы определения кислотного числа.

ГОСТ 26194—84*. Смолы лаковые. Метод определения гидроксильного числа алкидных и полиэфирных смол.

3. Определение

3.1. Паста белого пигмента — дисперсия белого пигмента в связующем.

3.2. Разбеленная паста — паста, получаемая при смешивании цветного пигмента в связующем с пастой белого пигмента.

3.3. Цвет в разбеле — цвет пигмента после введения в белую пигментную пасту (п. 3.2).

3.4. Соотношение при разбеле — соотношение цветного и белого пигментов в разбеленной пасте

4. Сущность метода

4.1. Метод заключается в приготовлении пасты цветного испытуемого пигмента в заданных условиях на автоматической краскотерке и смешивании в известной пропорции с пастой белого пигмента. Интенсивность цвета и оттенка полученной пасты сравнивают с цветом и оттенком аналогичной пасты, приготовленной в тех же условиях из согласованного эталона цветного пигмента и такой же пасты белого пигмента.

5. Материалы

5.1. Связующие

Выбор связующего согласуется между заинтересованными сторонами с учетом области применения испытуемых пигментов.

Предлагаются для использования следующие связующие:

Примечание. Предлагаемые связующие выпускаются промышленностью.

5.1.1. Алкидная смола на основе смеси из 63 %-го льняного масла и 23 %-го фталевого ангидрида, которая отвечает требованиям, указанным ниже:

Метод испытания

Кислотное число, не более	15 мг КОН/г макс	ГОСТ 23955—80
Вязкость (без растворителя)	7—10 Па·с	ГОСТ 25276—82
Содержание гидроксидов	около 40 мг Кон/г	ГОСТ 26194—84

5.1.2. Льняное масло, модифицированное уретаном, отвечающее требованиям, указанным ниже:

Метод испытания

Содержание льняного масла	Около 80 %	
Кислотное число	0	ГОСТ 23955—80
Содержание свободных изоцианатных групп	0	
Содержание свободных гидроксильных групп	0,8—1,2 %	
Вязкость при 20 °С	15—18 Па·с	ГОСТ 25276—82

5.2. Паста белого пигмента

Состав пасты белого пигмента согласуется между заинтересованными сторонами. При выборе пигментной пасты необходимо учитывать природу испытуемого пигмента, связующее в пасте должно быть совместимо со связующим, используемым в пасте цветного пигмента (п. 8.2.1).

* Допускается применение стандарта до прямого применения международных стандартов ИСО 1521, ИСО 3219, ИСО 3262, ИСО 3682, ИСО 4629 соответственно.

Предлагается использовать в работе одно из перечисленных ниже связующих.

Примечание. Рекомендуется использовать одно и то же связующее для белой пигментной пасты и для пасты цветного пигмента (см. примечание к п. 5.1).

5.2.1. Паста на основе алкидной смолы должна быть следующего состава:
40 частей по массе двуокиси титана типа Р-02, удовлетворяющей требованиям ГОСТ 9808—84;

4 части по массе стеарата кальция;

56 частей по массе алкидной смолы (п. 5.1.1).

Пасту хорошо перемешивают шпателем для обеспечения полного предварительного смачивания твердых частиц, затем перетирают на трехвалковой краскотерке до получения частиц размером менее 5 мкм при испытании на гриндомере (ГОСТ 6589—74), и хранят в воздухо непроницаемых контейнерах преимущественно в тубах с завинчивающейся пробкой.

5.2.2. Паста на основе льняного масла, модифицированного уретаном, должна быть следующего состава:

40 частей по массе двуокиси титана типа Р-02, удовлетворяющей требованиям ГОСТ 9808—84;

50 частей по массе льняного масла, модифицированного уретаном (п. 5.1.2);

7 частей по массе стеарата кальция;

3 части по массе синтетической двуокиси кремния (ГОСТ 14922—77).

Пасту хорошо перемешивают для обеспечения полного предварительного смачивания твердых частиц, затем перетирают на трехвалковой краскотерке до получения частиц размером менее 5 мкм при испытании на гриндомере (ГОСТ 6589—74) и хранят в воздухо непроницаемых контейнерах, преимущественно в тубах с завинчивающейся пробкой.

6. Аппаратура

6.1. Автоматическая краскотерка с дисками из шлифованного стекла, желательно с водяным охлаждением (см. примечание) диаметром 180—250 мм, к которым может быть приложена переменная сила до 1 кН.

Скорость вращения приводного стеклянного диска должна быть 70—120 об/мин, а установка должна иметь устройство для предварительной установки оборотов, кратных 25.

Пасту готовят путем перетирания пигмента в соответствующем связующем при 1000 оборотах при полной нагрузке.

Перед использованием проверяют поверхность обоих дисков автоматической краскотерки на отсутствие зазубрин и царапин полированных участков и равномерную матовость.

Примечание. Если автоматическая краскотерка не имеет дисков с автоматическим охлаждением, необходимо следить за тем, чтобы во время перетирания температура не поднималась выше, чем на 10 °С.

6.2. Мاستихин или шпатель из нержавеющей стали или пластмассы.

6.3. Подложка из стекла или другого прозрачного бесцветного неабсорбирующего материала.

6.4. Пленка из пластмассы прозрачная и бесцветная,

6.5. Аппликатор для нанесения двух или трех пленок толщиной во влажном состоянии 50—100 мкм.

7. Отбор образцов

7.1. Отбор образцов проводят в соответствии с ГОСТ 9980.2—86.

8. Методика определения

8.1. Концентрации при перетире

8.1.1. Правильное соотношение по массе пигмента и диспергирующей среды зависит не только от маслоемкости пигмента, но также от вязкости смеси во время перетирания.

Пигменты подразделяются на три группы:

- а) пигменты с низкой потребностью в связующем — средняя концентрация при размоле — 66,7 % пигмента (по массе);
- б) пигменты со средней потребностью в связующем — средняя концентрация при размоле — 40 % пигмента (по массе);
- в) пигменты с высокой потребностью в связующем — средняя концентрация при размоле — 25 % пигмента (по массе).

8.1.2. Для получения приблизительно 2 мл смеси в каждом случае количество компонентов, которое необходимо использовать при испытании трех групп указанных в п. 8.1.1, должно быть следующее:

- а) 3,0 г пигмента и 1,5 г связующего;
- б) 1,0 г пигмента и 1,5 г связующего;
- в) 0,5 г пигмента и 1,5 г связующего.

Примечания:

1. Если выбранная смесь слишком вязкая или жидкая для диспергирования ее на дисках, следует применять другое подходящее соотношение.

2. При максимальном диаметре дисков из диапазона, указанного в п. 6.1, необходимо пропорционально увеличить указанные количества компонентов для уменьшения износа дисков.

8.2. Определение условий диспергирования

8.2.1. Взвешивают около 1,5 г связующего (п. 5.1) и соответствующее количество эталонного пигмента (п. 8.1.2). Связующее помещают в центр нижнего диска автоматической краскотерки, затем добавляют эталонный пигмент и смешивают с помощью шпателя, не растирая (п. 6.2). Пасту располагают в нескольких точках на расстоянии 35 мм от центра нижнего диска или распределяют по окружности внутренним диаметром 40 мм и внешним — 100 мм и тщательно вытирают шпатель о края верхнего диска автоматической краскотерки.

Диски закрывают и растирают пасту в несколько стадий по 50 оборотов. После каждой стадии пасту собирают с обоих дисков тем же шпателем, наносят ее тем же способом на нижний диск и вытирают шпатель о края верхнего диска, как указано выше.

После 200 оборотов берут небольшое количество (приблизительно $\frac{1}{4}$ общего объема) полученной пасты откладывают его в соответствующий сосуд для хранения и продолжают растирать основную часть смеси. После 300 и 400 оборотов отбирают аналогичные небольшие количества пасты, также откладывают их в соответствующий сосуд для хранения, после чего тщательно очищают диски краскотерки и шпатель.

Примечание. Под стеклянную пластинку желательна положить бумажное кольцо соответствующей формы.

8.2.2. Около 3 г пасты белого пигмента (п. 5.2) и пасту цветного пигмента, растертую за 200 оборотов, содержащую 0,12 г цветного пигмента (см. примечание), помещают на нижний диск краскотерки. Обе пасты смешивают шпателем до получения однородной массы, не растирая. Смесь наносят на нижний диск, как указано в п. 8.2.1, вытирают шпатель о верхний диск. Диски закрывают и растирают пасту в четыре стадии по 25 оборотов с минимальным усилием. После каждой стадии пасту собирают на нижнем диске, как указано в п. 8.2.1. Затем пасту удаляют из краскотерки и оставляют для дальнейшей оценки. Эту операцию повторяют, используя другие порции цветной пасты, растертые соответственно за 300 и 400 оборотов и содержащие 0,12 г цветного пигмента.

Примечание. Смешивание пасты цветного пигмента, содержащей 0,12 г цветного пигмента, с 3 г пасты белого пигмента дает степень разбела 1:10. Этот коэффициент должен быть модифицирован до 1:5 или 1:20 (с учетом слабых и сильных пигментов соответственно) для получения такой интенсивности цвета, которая позволяет определить интенсивность и оттенок разбеленных паст.

8.2.3. Каждую из разбеленных паст наносят на предметное стекло (п. 6.3) или прозрачную пластмассовую пленку (п. 6.4) так, чтобы края их соприкасались. Визуально сравнивают интенсивность цвета каждой пасты. Записывают

минимальное число оборотов, необходимое для получения образца пасты цветного пигмента, которое дает максимальную интенсивность цвета, и используют при испытании данное число оборотов.

8.3. Приготовление пасты цветных пигментов

8.3.1. На основании данных, полученных из п. 8.2, устанавливают:

а) количество пигмента и связующего, используемое при приготовлении пасты цветного пигмента — эталона, согласованного между заинтересованными сторонами;

б) число оборотов, необходимое для приготовления пасты цветного пигмента — эталона, согласованного между сторонами и прилагаемое усилие;

в) степень разбела при смешении пасты цветного и белого пигментов.

8.3.2. Выполняя эти условия, готовят на автоматической краскотерке пасту согласованного цветного пигмента-эталона, как указано в п. 8.2, но перетирают ее стадиями по 50 оборотов до общего числа оборотов, установленного заранее, не удаляя пасту, а собирая и разравнивая ее после каждой стадии. По окончании перетирания пасту собирают и сохраняют. Диски краскотерки и шпатель очищают и повторяют операцию с тем же количеством испытуемого образца и связующего, используя ту же методику и краскотерку. Пасту цветного пигмента испытуемого образца собирают и сохраняют в соответствующем сосуде. Очищают краскотерку и шпатель.

8.4. Приготовление разбеленной пасты

8.4.1. На нижний диск краскотерки помещают $(3,00 \pm 0,01)$ г пасты белого пигмента (п. 5.2) и количество пасты цветного пигмента-эталона, полученной в соответствии с п. 8.3.2. Обе пасты смешивают шпателем до получения однородной массы, не растирая.

Пасту распределяют на нижнем диске краскотерки, как описано в п. 8.2.1, вытирая шпатель о края верхнего диска. Диски закрывают и растирают пасту в четыре стадии по 25 оборотов каждая, прилагая минимальную силу. После каждой стадии собирают пасту на нижнем диске, как описано в п. 8.2.1. Пасту удаляют из краскотерки для последующей оценки (п. 8.5) и хранят в соответствующем сосуде.

8.4.2. Эту операцию повторяют, используя дисперсную пасту цветного пигмента, приготовленную из испытуемого образца цветного пигмента, получая разбеленную пасту для сравнения.

8.5. Сравнение цвета в разбеле и определение относительной красящей способности

8.5.1. Небольшое количество каждой из двух разбеленных паст, полученных в соответствии с п. 8.4, наносят на предметное стекло (п. 6.3) или прозрачную пластмассовую пленку (п. 6.4) (см. примечание), и с помощью аппликатора (п. 6.5) проводят полоски одинаковой толщины, шириной не менее 20 мм, длиной не менее 40 мм так, чтобы края их соприкасались.

Обе полоски должны иметь такую толщину пленки, чтобы подложка была полностью укрыта. Слегка протирают часть каждой полоски пальцем. Сравнивают различие оттенков протертых и непротертых поверхностей и отмечают, если наблюдается существенное различие. Сравнивают интенсивности цвета и оттенки, осматривая обе полоски при рассеянном дневном свете на поверхности через стекло или пластмассовую пленку сразу после нанесения их в соответствии с ГОСТ 29319—92. При отсутствии хорошего дневного освещения для сравнения используют искусственное освещение в соответствии с ГОСТ 29319—92.

Если интенсивность цвета, оттенки и цвет в разбеле одинаковы, то относительная красящая способность испытуемого образца — 100 % (п. 9.1).

Если интенсивности цвета одинаковы, а оттенки разные, то указывают различие в цвете и его характер.

Примечание. Если при непосредственном наблюдении внешний вид полосок отличается от внешнего вида, наблюдаемого через подложку, то это свидетельствует о флокуляции разбеленной пасты. В этом случае результаты испытания следует пересмотреть.

8.5.2. Если интенсивности цвета различны и, следовательно, цвета в разбеле различны, повторяют операции, указанные в пп. 8.4 и 8.5.1, используя такое количество пасты испытуемого образца цветного пигмента, которое дает интенсивность цвета, аналогичную интенсивности цвета исходной пасты, эталонного цветного пигмента. Если имеется различие в оттенках, это отличие и его характер следует оговорить.

Примечание. Например, если предполагается, что испытуемый образец на 15 % интенсивнее, чем согласованный эталон, то при повторных испытаниях масса пасты цветного испытуемого пигмента должна быть на 15 % меньше массы, взятой для первого испытания, а масса пасты цветного пигмента согласованного эталона должна быть такой же, как и ранее.

9. Обработка результатов

9.1. Относительную красящую способность испытуемого образца вычисляют по формуле

$$\frac{b \cdot 100}{a} \% \text{ согласованного эталона,}$$

где a — количество частей по массе испытуемого образца, необходимое для получения такой красящей способности, которая обеспечивает b частей по массе согласованного эталона.

Примечание. Необходимо отметить, что красящая способность испытуемого образца является относительной величиной по отношению к согласованному эталону, красящая способность которого принята за 100 %.

9.2. Эквивалентная красящая способность испытуемого образца вычисляется по формуле

$$\frac{a \cdot 100}{b} : 100.$$

Примечание. Необходимо указывать слово «слабее», если показатель более 100, или слово «сильнее», если показатель менее 100.

Пример А. Если $a = 20$ частям, $b = 25$ частям, то относительная красящая способность испытуемого образца равна 125 %, а эквивалентная красящая способность будет сильнее 80 : 100.

Пример Б. Если $a = 50$ частям, $b = 45$ частям, то относительная красящая способность испытуемого образца равна 90 %, а эквивалентная красящая способность будет слабее 111 : 100.

10. Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующие сведения:

- а) тип и идентификацию испытуемого пигмента;
- б) ссылку на настоящий стандарт;
- в) количество оборотов, используемых при получении дисперсии цветного пигмента (п. 8.3.2);
- г) степень разбела, используемая для получения разбеленной пасты (см. примечание к п. 8.2.2);
- д) при каком свете (естественном дневном или искусственном дневном) проводили испытание (п. 8.5.1);
- е) результаты сравнения цвета при разбеле с указанием качественных различий оттенков;
- ж) относительную красящую способность (п. 9.1) или эквивалентную красящую способность (п. 9.2);
- з) отклонения (согласованные или нет) от приведенной методики испытания (п. 8.5.1);
- е) дату проведения испытания.