

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4768.2—2014

颜料和体质颜料
塑料中分散性的评定
第2部分：两辊机法测定增塑聚氯乙烯
中颜料分散性

Pigments and extenders—Assessment of dispersibility in plastics—
Part 2: Determination of pigment dispersion in plasticized
polyvinyl chloride by two-roll milling

2014-12-31 发布

2015-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 次

前言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原理 1

5 材料 1

6 仪器 2

 6.1 两辊机 2

 6.2 压片机 2

 6.3 光度计 2

7 取样 2

8 操作步骤 2

 8.1 在 160℃±5℃混炼 2

 8.1.1 预混测试材料 2

 8.1.2 两辊混炼 2

 8.1.3 压片 3

 8.2 在 130℃±5℃混炼 3

9 光度计测量 3

10 评价 3

 10.1 白色冲淡中颜色性能的评价 3

 10.2 分散度的评价 3

11 试验报告 3

12 精确度 3

附录 A(资料性附录) 基础混合物的说明 4

 A.1 适用于两辊机法测定分散性的增塑聚氯乙烯混合物组成 4

 A.2 规格 4

 A.3 基础混合物的制备 4

 A.4 基础混合物的评估 4

表 A.1 增塑聚氯乙烯混合物组成 4

前 言

HG/T 4768《颜料和体质颜料 塑料中分散性的评定》分为6个部分。

——第1部分：总则；

——第2部分：两辊机法测定增塑聚氯乙烯中颜料分散性；

——第3部分：两辊机法测定聚乙烯中着色颜料分散性；

——第4部分：两辊机法测定聚乙烯中白色颜料分散性；

——第5部分：加热熔融挤出机法测定着色剂分散性；

——第6部分：薄膜试验法测定颜料分散性。

本部分为HG/T 4768的第2部分。

本部分按GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分参考了欧洲测试方法标准EN 13900-2:2003《颜料和体质颜料 塑料中的分散方法和分散性的评定 第2部分：两辊机法测定增塑聚氯乙烯中颜料的颜色性能和分散性》，技术内容与EN 13900-2:2003完全相同。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分由全国涂料和颜料标准化技术委员会（SAC/TC5）归口。

本部分起草单位：百合花集团股份有限公司、江苏双乐化工颜料有限公司、龙口联合化学有限公司、上海油墨泗联化工有限公司、杭州红妍颜料化工有限公司、山东宇虹新颜料股份有限公司、通辽翔意化工有限公司、山东阳光颜料有限公司、鞍山七彩化学股份有限公司、上海金淳塑胶有限公司、蓬莱新光颜料化工有限公司、丽王化工（南通）有限公司、北京化工大学、上海捷虹颜料化工集团股份有限公司、美利达颜料工业有限公司、江苏亚邦颜料有限公司、浙江力禾集团有限公司、杭州信凯实业有限公司、上海颜创化工科技有限公司、宁波色母粒有限公司、山东春潮集团有限公司、广东盛恒昌化学工业有限公司、浙江七色鹿色母粒有限公司、中国染料工业协会。

本部分主要起草人：王丰莉、朱骥、季维、阚兆红、马仁爱、陈都方、李宗伟、白林海、黄永刚、张鹏龙、刘同云、张晓明、吴立峰、闫满宁、郑进峰、杨俊琪、方百红、陈发生、陈信华、洪寅、欧阳秋英、罗崇远、王仲文、张燕深。

颜料和体质颜料 塑料中分散性的评定

第2部分：两辊机法测定增塑聚氯乙烯中颜料分散性

1 范围

本部分规定了待测颜料相对于标准颜料的颜色性能的测定方法，以及着色材料在各种条件下分散到增塑聚氯乙烯混合物中以产生的着色强度差异表示颜料的分散度（ DH_{PVC-P} ）的测定方法。

本方法适用于有机和无机黑色和彩色颜料及颜料制备物。

本方法所测定的颜料分散度只适用于所用的分散设备、分散条件和分散介质。若试验条件与本部分规定条件不同，所得结果（包括绝对值和各种颜料分散度值之间的相对值）也可能有所不同。因此，本部分所规定的（ DH_{PVC-P} ）仅用以表示用本部分规定的方法所测定的颜料分散度值。

本部分在 130℃ 条件下制成的色片的光谱光度数据也可用于常规质量控制。若用于质量控制目的，颜料与二氧化钛颜料的比需要相关方商定。建议采用较为方便、也在广泛使用的比例：有机颜料与二氧化钛颜料的比率为 1:10；无机颜料与二氧化钛颜料的比率为 (0.2~0.5):1。

附录 A 给出了一种适用的基础混合物的说明。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 3186 色漆、清漆和色漆与清漆用原材料 取样

GB/T 11186.2—1989 漆膜颜色的测量方法 第二部分 颜色测量

GB/T 13451.2—1992 着色颜料相对着色力和白色颜料相对散射力的测定 光度计法

HG/T 4767.1 颜料和体质颜料 塑料加工过程中颜色稳定性的试验 第1部分：总则

HG/T 4767.4 颜料和体质颜料 塑料加工过程中颜色热稳定性的试验 第4部分：两辊机法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

分散度（ DH_{PVC-P} ） ease of dispersion (DH_{PVC-P})

颜料和体质颜料分散到塑料材料中，达到给定的分散水平的速率或程度的量度。 DH_{PVC-P} 是采用两辊机按 8.2 规定的方法将着色剂分散到增塑聚氯乙烯中达到的着色强度相对按 8.1 规定的方法达到的着色强度的增加值。

4 原理

用两辊机将待测试的颜料在 160℃±5℃ 分散到基础混合物中制成参照色片，然后再在 130℃±5℃ 以更强的剪切力进行混炼。以前后两次混炼所产生的着色强度的增加值作为分散度 DH_{PVC-P} 的量度。

5 材料

推荐使用附录 A 中描述的基础混合物。也可使用由利益双方商定的混合物，并在测试报告中

注明。

使用的颜料量应使色片获得约 1/25 标准色深度（见 HG/T 4767.1）。

6 仪器

6.1 两辊机

具有加热功能，辊间距可调。辊直径应在 80 mm～200 mm 之间，两辊的转速比例应在 1：1.1 到 1：1.2 之间。

注：在下列条件下，不同的两辊机上可获得具有可比性的结果。

辊直径比例：1：1 到 1：1.5 之间；

——圆周速率比例：1：1 到 1：1.1 之间；

起泡直径 H_k 与间隙宽度 H_s 比例： $H_k/H_s \geq 20$ 。

如果使用较小直径的两辊机（例如辊直径为 80 mm）进行试验，色片厚度设置为 0.4 mm～0.5 mm 可能较难满足推荐的相似条件要求。

6.2 压片机

具有加热和冷却系统。

6.3 光度计

7 取样

按 GB/T 3186 的规定取待测着色剂的代表性样品。

8 操作步骤

8.1 在 160℃±5℃ 混炼

用待测颜料与基础混合物组成的混合物混炼制成色片，并制成一个至少 50 mm×50 mm 大小的 1 mm 厚度的试样。

注：在日常使用本方法时，通过降低试验温度改变增塑聚氯乙烯混合物的润湿特性增加混炼的剪切力，这需要将每个色片的试验温度升高再降低，这样操作比较耗时，可考虑同时用两台机器在不同温度下进行试验。另外也可如 HG/T 4767.4 的方法那样，保持试验温度不变，而通过减小辊间距的方法增加剪切力，也是一个具有可比性的潜在的更有效的方法。

8.1.1 预混测试材料

在合适的容器中混合规定量的着色材料和增塑聚氯乙烯（PVC-P）基础混合物。例如，用振荡混合机，混合 5 min。

注：如果着色材料是浆状物，推荐用一个非玻璃的搅拌棒在 PE 或 PP 瓶中手工混合至混合物组分均匀。

8.1.2 两辊混炼

把预混好的材料加到 160℃±5℃ 的运转的两辊机上，快速将所有掉落的材料从接料盘中放回到辊间。

加入的混合物量应确保材料塑化后在辊间形成连续旋转的熔融物。材料塑化后，立即调节辊间距，使混炼材料形成厚度为 0.4 mm～0.5 mm 的均匀色片。

混炼时，可以通过一片一片连续切割并不断翻转打包限制混炼片的宽度，防止材料跑到辊边上，从而获得分散完好的着色材料。也可通过反复地取下色片并立即放回到辊上确保着色材料彻底混合。这时的重复混炼次数应作为规定方法的一部分，记录到试验报告中。

在辊上进行 200 转混炼操作。根据使用的机器辊的直径（见 6.1），混炼的时间不应少于 5 min，但也不能超过 10 min。

混炼完成后，从辊上取下色片。为方便操作，可调整辊间距。如需要，还可调节辊速和摩擦比。

每次混炼操作完成后，应将辊清理干净。

8.1.3 压片

用于光度计测量时，需要制备表面高光泽度的高质量试样。

试样可通过用 1 mm 厚的金属模具框放在两个高光泽的镀铬钢板间在压片机上热压成型，热压温度 165 ℃~170 ℃，热压时间不超过 2 min。压制好的色片应快速冷却到室温。

8.2 在 130 ℃±5 ℃混炼

使用 8.1 制备的混炼片的余下部分。设置辊间距，保持在混炼过程中不发生改变，确保制成厚度为 0.4 mm~0.5 mm 的色片。辊温度应保持为 130 ℃±5 ℃。

混炼片首先不折叠通过辊间隙，然后折叠 1 次，再次立即穿过间隙。该操作（如折叠 1 次）应重复 10 次。按 8.1.3 规定的方法压制成至少 50 mm×50 mm 大小的 1 mm 厚度的试样。

9 光度计测量

将 8.1 和 8.2 制备的试样按 GB/T 11186.2—1989 第 9 章规定的方法进行颜色测量。按 GB/T 13451.2—1992 中 8.1 规定的方法进行着色强度的测量，按第 10 章计算分散度 DH_{PVC-P} 。

10 评价

10.1 白色冲淡中颜色性能的评价

按第 9 章规定的方法测量试样相对于标准样的颜色性能和色差。

注：全色体系中颜色性能的测定可用相同的方式但不加入二氧化钛颜料进行操作。

10.2 分散度的评价

分散度 DH_{PVC-P} 是在 130 ℃混炼后着色强度增长的百分比。按公式 (1) 计算：

$$DH_{PVC-P} = 100 \times \left(\frac{F_2}{F_1} - 1 \right) \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

F_1 ——8.1 中试样的着色强度值；

F_2 ——8.2 中试样的着色强度值。

11 试验报告

试验报告应至少包括下列信息：

- a) 识别所试样品的所有必要的详细信息；
- b) 本部分编号 (HG/T 4768.2)；
- c) 指定的试样及制备方法；
- d) 基础混合物的描述；
- e) 各试样中相对于测试聚合物的着色材料浓度；
- f) 获得的光度数据以及相应的分散度 DH_{PVC-P} ；
- g) 着色强度的测定方法；
- h) 如果测色，注明使用的仪器型号、标准照明体和标准色度观测者；
- i) 与规定试验方法的差异；
- j) 试验日期。

12 精确度

本部分仅规定了方法的原理和使用的操作步骤，试验结果因使用的设备尺寸和聚氯乙烯混合物的组分的不同而有所变化。因此，不能依据方法建立精确度的数据，精确度应根据实验室所使用的设备和混合物以及待测试颜料牌号的重复性和再现性试验确定。

附 录 A
(资料性附录)
基础混合物的说明

A.1 适用于两辊机法测定分散性的增塑聚氯乙烯混合物组成

见表 A.1。

表 A.1 增塑聚氯乙烯混合物组成

材料名称	数量/g
聚氯乙烯	65.00
增塑剂——邻苯二甲酸二异癸酯(DIDP)	33.50
环氧大豆油	1.50
液体钡锌稳定剂	1.30
润滑剂——硬脂酸	0.20
二氧化钛颜料 ^a	5.34
^a 对混合物中二氧化钛颜料的含量进行设定,以确保相当于在 100 份混合物成品中有 5 份二氧化钛颜料。	

A.2 规格

- A.2.1 聚氯乙烯：悬浮法，K 值为 70±1。
- A.2.2 增塑剂（DIDP）：推荐用于聚氯乙烯中的规格。
- A.2.3 环氧大豆油：推荐用于聚氯乙烯中的规格。
- A.2.4 液体钡锌稳定剂：钡含量为 10.2 %～12.2 %，锌含量为 1.95 %～2.35 %。
注：可使用等价热稳定性的其他钡锌稳定体系。
- A.2.5 硬脂酸：推荐用于聚氯乙烯中的规格。
- A.2.6 二氧化钛颜料：推荐用于塑料中的易分散型规格，金红石型，有机和无机表面处理的，TiO₂ 含量不低于 93 %。

A.3 基础混合物的制备

在高速混合机上预混聚氯乙烯、稳定剂和润滑剂，直至混合物温度达到 70℃。然后加入二氧化钛颜料，混合 2 min（如果混合时间过长，会因金属磨损造成物料变色）。随后，以细流状连续混合的方法定量地加入增塑剂和环氧大豆油进行预混。在这个过程中混合物的温度将达到 100℃，在搅拌下把形成的均匀的混合物冷却到室温。

注：增塑聚氯乙烯基础混合物应储存在密闭容器中，冷却、避光条件下储存不超过 2 年。

A.4 基础混合物的评估

必须对基础混合物进行评估，因为它含有的二氧化钛颜料也能在 8.2 规定的两辊机混炼条件下进一步分散，这将引起基础混合物不透明性和遮盖力的增加，使按 8.2 规定制备的试样的 F 值发生改变。在测定 DH_{PVC-P} 时，基础混合物不透明度或遮盖力的变化不超过 3 %时可忽略。否则，必须校正测试结果。

评估基础混合物，应按本部分第 8 章规定的操作步骤执行，在测试基础混合物时用染料溶液替代颜料进行测试。推荐以 0.05 %浓度的 C.I. 溶剂紫 13 或 C.I. 溶剂紫 36 加到基础混合物中，这相当

于 1/25 标准色深度的着色剂。随后的操作按 8.1 和 8.2 的规定进行。制取的色片应按第 10 章的规定测试 F_1 和 F_2 值。这些值用于按公式 (A.1) 计算因子 C ：

$$C = \frac{F_1}{F_2} \dots\dots\dots (A.1)$$

如果 $C > 1.03$ ，第 10 章中公式 (1) 应以下列公式 (A.2) 替代：

$$DH_{PVC-P} = 100 \times \frac{CF_2 - 1}{F_1} \dots\dots\dots (A.2)$$

中华人民共和国

化工行业标准

颜料和体质颜料

塑料中分散性的评定

第2部分：两辊机法测定增塑聚氯乙烯中颜料分散性

HG/T 4768.2—2014

出版发行：化学工业出版社

（北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011）

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张1 字数9.4千字

2015年4月北京第1版第1次印刷

书号：155025·1968

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：12.00元

版权所有 违者必究