

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4768.3—2014

颜料和体质颜料
塑料中分散性的评定
第 3 部分: 两辊机法测定聚乙烯
中着色颜料分散性

Pigments and extenders—Assessment of dispersibility in plastics—
Part 3: Determination of coloring pigments dispersion
in polyethylene 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

 5.1 方法 A 使用的材料 1

 5.1.1 测试介质 1

 5.1.2 二氧化钛颜料 1

 5.2 方法 B 使用的材料 2

 5.2.1 测试介质 2

 5.2.2 二氧化钛颜料 2

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 白色冲淡中颜色性能的测试 2

 8.1.1 混合物的制备 2

 8.1.2 两辊机 2

 8.1.3 压片 3

 8.1.4 光度计测量 3

 8.2 分散度的测试 3

 8.2.1 测试样品的制备 3

 8.2.2 压片和光度计测量 3

9 评价 3

10 试验报告 3

11 精确度 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3部分。

本部分按照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 13900-3:2003《颜料和体质颜料 塑料中的分散方法和分散性的评定 第3部分：两辊机法测定聚乙烯中着色颜料的颜色性能和分散性》，技术内容与EN 13900-3:2003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、美利达颜料工业有限公司、浙江力禾集团有限公司、上海捷虹颜料化工集团股份有限公司、龙口联合化学有限公司、通辽翔意化工有限公司、杭州信凯实业有限公司、北京化工大学、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、江苏亚邦颜料有限公司、丽王化工（南通）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、鞍山七彩化学股份有限公司、中国染料工业协会。

本部分主要起草人：王桂峰、葛扣根、李庆豹、方百红、张东江、任忠杰、张鹰、宋延文、丁筠、洪寅、欧阳秋英、罗崇远、王仲文、李玲、张晓明、阚兆红、高华军、陈都方、黄永刚、张燕深。

颜料和体质颜料

塑料中分散性的评定

第3部分：两辊机法测定聚乙烯中着色颜料分散性

1 范围

本部分规定了待测试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聚乙烯中，以产生的着色强度差异表示颜料的分散度 DH_{PE} 的测定方法。

方法 A 适用于粉状有机和炭黑颜料、无机粉状颜料和粉状或片状的颜料制备物。

方法 B 适用于粒状颜料和颜料制备物以及任何形式的无机颜料。

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_{PE} 仅用以表示用本部分规定的方法所测定的颜料分散度值。

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

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_{PE}) ease of dispersion (DH_{PE})

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_{PE} 是采用两辊机按 8.2 规定的方法将着色剂分散到聚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

用两辊机将待测试颜料在合适的温度下分散到聚合物中。用这种方法获得的混炼片冷却后再经受由两辊机在较窄狭缝宽度产生的更强的剪切力，以产生的着色强度的增加作为分散难易的量度。

5 材料

5.1 方法 A 使用的材料

5.1.1 测试介质

聚乙烯，粉状或片状；利益双方商定的级别和型号。

注：如果使用 HDPE，可使用酚类抗氧化剂方便操作。

5.1.2 二氧化钛颜料

推荐用于 PE 中的易分散的粉状级别。

5.2 方法 B 使用的材料

5.2.1 测试介质

聚乙烯，粒状；利益双方商定的级别和型号。

注：如果使用 HDPE，可使用酚类抗氧化剂方便操作。

5.2.2 二氧化钛颜料

如 5.1.2 或分散完好的聚乙烯母料。

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：1：1.1 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 的规定抽取待测着色材料的代表性样品。

8 操作步骤

8.1 白色冲淡中颜色性能的测试

8.1.1 混合物的制备

8.1.1.1 方法 A 混合物的制备

在塑料瓶中预混 100 份聚乙烯粉和 1.0 份二氧化钛颜料（如果是测试炭黑颜料则加入 5.0 份），如果适合，再加入 0.1 份抗氧化剂。加入 0.1 份炭黑或有机颜料，或者加入 0.2 份～0.5 份无机颜料。用调墨刀混合，使在塑料杯壁上没有测试颜料。

注：为提高试验结果的重现性，一次性制备较大量均匀的聚合物粉末、抗氧化剂和二氧化钛颜料等的预混合物是比较有优势的。例如，将混合物在实验室用高速混合机以 1 800 r/min 的转速混合 5 min，随后挤出，切成合适的形状。

8.1.1.2 方法 B 混合物的制备

在塑料杯中或其他适合的容器中制备一个混合物：100 份粒状聚乙烯（见 5.2.1），加入 1.0 份二氧化钛颜料（如果是测试炭黑颜料则加入 5.0 份）或是含等价量的二氧化钛颜料聚乙烯母料（见 5.2.2）。

8.1.2 两辊机

8.1.2.1 方法 A

将预混好的材料加到已经达到规定温度的运转的两辊机上，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。调节辊间距，使材料在 1 min 内塑化，形成厚度为 0.4 mm～0.5 mm 的均匀混炼片。

注 1：通常 100 g 测试混合物的量适合大多数两辊机。如有需要，为了方便操作，可根据辊的尺寸调整。

注 2：试验温度在 140℃～160℃ 之间适合大多数类型聚合物。

混炼片一旦形成，设置 0.5 mm 的狭缝宽度，通过切割和折叠混炼片使颜料分散，每 30 s 切割和折叠 1 次。从混合物加到两辊机上开始计数，总共旋转 200 转。根据使用的机器的直径（见 6.1），混炼周期不小于 5 min，但不超过 10 min。

8.1.2.2 方法 B

把混合物放在静止的、达到预先按 8.1.2.1 设定的狭缝宽度和温度的两辊机上，允许预热 1 min。启动机器，在 1 min 内塑化，形成混炼片。慢慢地均匀地加入颜料和颜料制备物到旋转混炼片上，然后按 8.1.2.1 操作分散颜料。

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合适温度下热压成型，热压时间不超过 2 min。压制好的色片应快速冷却到室温。

8.1.4 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 9 章计算分散度 DH_{PE} 。

8.2 分散度的测试

8.2.1 测试样品的制备

两辊机辊间隙缩减到 0.3 mm，将 8.1.2 制备的混炼片的一半返回到辊上，按 8.1.2 以 25 r/min 的转速在相同的温度条件下保持混炼。每 30 s 切割和折叠 1 次，连续混炼 200 转。然后移出混炼片，在金属板间冷却。

对包含测试颜料的每个混炼片执行该程序。

每次混炼操作完成后，应将辊清理干净。

8.2.2 压片和光度计测量

按 8.1.3 和 8.1.4 描述进行压片和测量。

9 评价

分散度 DH_{PE} 描述为 0.3 mm 间隙宽度制备的混炼片相对于 0.5 mm 间隙宽度（见 8.1）制备的混炼片的着色强度增长的百分比。按公式（1）计算：

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

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。

10 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 4768.3）；
- c) 指定测试基体及制备物，包括混炼温度；
- d) 使用的钛白粉、抗氧化剂及聚合物的类型、等级和形式；
- e) 相应的测试基体，在聚合物中测试的着色材料的浓度；
- f) 获得的光度数据以及相应的分散度 DH_{PE} ；

- 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。

11 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乙烯的类型和等级的不同而有所变化。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聚合物以及待测试的颜料牌号的重复性和再现性试验确定。

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3部分：两辊机法测定聚乙烯中着色颜料分散性

HG/T 4768.3—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7.5千字

2015年4月北京第1版第1次印刷

书号：155025·1969

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：10.00元

版权所有 违者必究