

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4768.5—2014

颜料和体质颜料 塑料中分散性的评定 第 5 部分: 加热熔融挤出机法测定 着色剂分散性

Pigments and extenders—Assessment of dispersibility in plastics—
Part 5: Determination of colouring materials dispersion
by heating and melting

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 色母料 1

 5.2 基础测试聚合物 1

 5.3 测试混合物 1

6 仪器 1

 6.1 概述 1

 6.2 挤出机 2

 6.3 熔融泵 2

 6.4 熔体压力传感器 2

 6.5 分配板 2

 6.6 滤网 2

 6.6.1 概述 2

 6.6.2 过滤网组合 1 2

 6.6.3 过滤网组合 2 2

 6.6.4 过滤网组合 3 3

 6.7 密封圈 3

7 测试混合物的制备 3

 7.1 概述 3

 7.2 混合物 1 3

 7.3 混合物 2 3

8 操作步骤 3

 8.1 预处理 3

 8.2 测定 3

9 过滤值(FPV) 4

10 试验报告 5

11 精确度 5

附录 A(规范性附录) 分配板 6

附录 B(资料性附录) 试验报告示例 7

图 1 仪器 2

图 2 典型的压力曲线 4

图 A.1 分配板 6

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5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 13900-5:2005《颜料和体质颜料 塑料中的分散方法和分散性的评定 第5部分：用过滤值试验测定》，技术内容与EN 13900-5:2005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、龙口联合化学有限公司、江苏双乐化工颜料有限公司、丽王化工(南通)有限公司、美利达颜料工业有限公司、上海颜创化工科技有限公司、广东盛恒昌化学工业有限公司、山东春潮集团有限公司、上海捷虹颜料化工集团股份有限公司、浙江力禾集团有限公司、上海油墨泗联化工有限公司、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、浙江七色鹿色母粒有限公司、杭州红妍颜料化工有限公司、通辽翔意化工有限公司、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、江苏亚邦颜料有限公司、上海秀乐化工科技有限公司、上海金淳塑胶有限公司、中国染料工业协会。

本部分主要起草人：熊永科、李秀梅、朱骥、张晓明、李庆豹、陈信华、罗崇远、欧阳秋英、闫满宁、方百红、阚兆红、黄秀君、乔辉、洪寅、王仲文、钮建春、张鹰、陈都方、黄永刚、王孝忠、吴兆权、张鹏龙、张燕深。

颜料和体质颜料 塑料中分散性的评定

第 5 部分：加热熔融挤出机法测定着色剂分散性

1 范围

本部分规定了评估热塑性聚合物中着色剂分散性的方法。

本方法适用于以色母料形式存在的所有挤出和熔融纺丝工艺聚合物中的着色剂。

只有在使用相应的分散设备、分散条件和聚合物时本方法测定的过滤值 (FPV) 才是有效的。使用的测试条件不同将得出不同的结果。本部分中不指定色母料的制备方法。因此，只有在使用同一方法获取色母料时，获得的不同着色剂试验结果才有可比性。

附录 A 给出了一个分配板模型。

附录 B 给出了一份试验报告模型，其中包含在制定本标准的过程中进行的循环试验的结果。

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 5330 工业用金属丝编织方孔筛网

GB/T 20878 不锈钢和耐热钢 牌号及化学成分

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

过滤值 (FPV) filter pressure value (FPV)

测试的着色剂挤出滤网前初始压力与最大压力之间的压力差相对着色剂量的数值。

4 原理

由色母料和基础测试聚合物组成的测试混合物，通过具有熔融泵和分配板过滤网组合的挤出机。在滤网前有熔体压力传感器。用初始压力与最大压力之间的差值计算过滤值 (FPV)。

5 材料

5.1 色母料

着色剂在合适的热塑性聚合物中的均匀制备物。

5.2 基础测试聚合物

热塑性聚合物，由利益双方商定等级和类型。

注：本部分的试验工作是在 PP 上进行的。

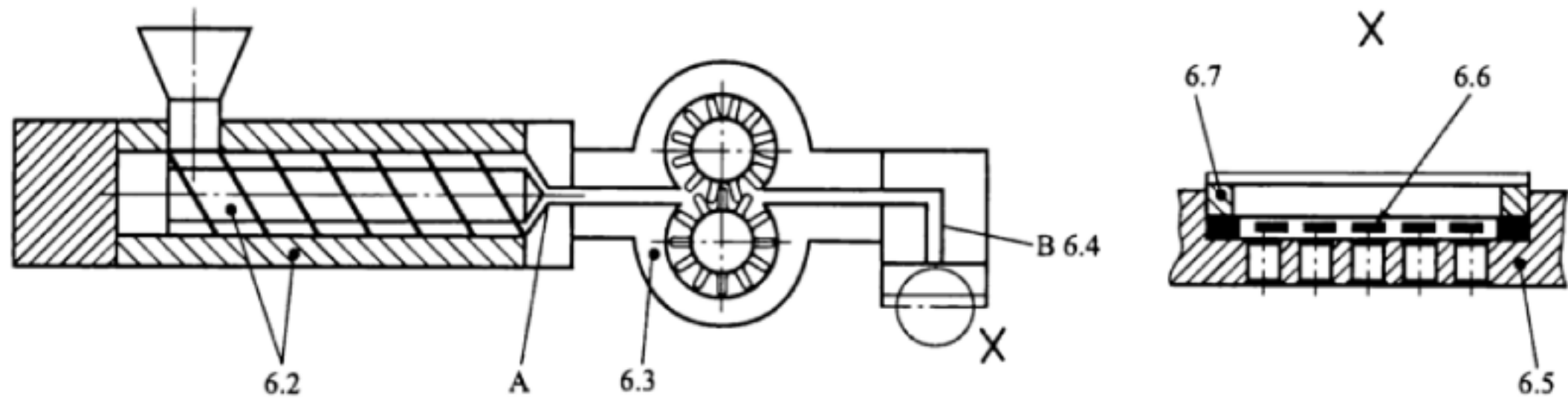
5.3 测试混合物

第 7 章制备的色母料（见 5.1）与基础测试聚合物（见 5.2）的均匀混合物。

6 仪器

6.1 概述

仪器的主要构造如图 1 所示（详见 6.2~6.7）。



说明：

A 熔融泵前的熔体压力传感器；

B 过滤网前的熔体压力传感器。

图 1 仪器

6.2 挤出机

单螺杆挤出机，筒体光滑无槽且使用不带分散组件的螺杆。螺杆直径在 19 mm~30 mm 之间，长径比 L/D 为 20~30。在熔融泵前必须有一个熔体压力传感器（A）测试熔体压力。必须有一个带反馈回路的电子控制器控制螺杆速度/压力，以保持压力为常数，最好在 3 MPa~6 MPa 之间，确保熔融泵完全充满且熔融完好均匀。

6.3 熔融泵

熔融泵最好是一个计量泵，应能提供在 $50 \text{ cm}^3/\text{min}$ ~ $60 \text{ cm}^3/\text{min}$ 之间的固定挤出量。

6.4 熔体压力传感器

混合物 1（见 7.2）的压力范围最好在 0.1 MPa~10 MPa 之间，混合物 2（见 7.3）的压力范围最好在 0.1 MPa~35 MPa 之间。熔融压力传感器（B）的准确度应该在 $\pm 1\%$ 之内，重复性小于 $\pm 0.1\%$ 。

注：压力测量的分辨率应在 0.01 MPa。

6.5 分配板

分配板用于支撑过滤网组合，并按附录 A 确定其有效截面积。

6.6 滤网

6.6.1 概述

过滤介质是系统的一部分，影响用作基础数据的压力差的测定结果。

压力差的增加取决于过滤介质的保留特性。

为获取可比性的结果，规定过滤介质的详细情况并严格按照规范进行装配是非常重要的。本方法使用过滤网组合作为过滤介质。过滤网组合用经超声波清洗过的直径为 $33.8 \text{ mm} \pm 0.1 \text{ mm}$ 的多层滤网组成，它们最好由一个铝框固定组合在一起。所有的网应由适用于所使用聚合物的合适材料制成，例如按 GB/T 20878，牌号 022Cr17Ni12Mo2 的不锈钢。过滤网规格的任何变化（例如编织形式、表面条件、每单元长度的孔数或孔径宽度）都能导致不同的测试结果。

6.6.2 过滤网组合 1

双层构架，第一层是逆向平纹荷兰网，每 25.4 mm 的经/纬线数为 615/108，钢丝直径为 0.042 mm/0.14 mm，第二层（支持网格）是个平纹编织方孔网，筛孔宽度为 0.63 mm，压延钢丝直径为 0.40 mm（详细情况见 GB/T 5330）。

6.6.3 过滤网组合 2

双层构架。第一层是逆向平纹荷兰网，每 25.4 mm 的经/纬线数为 615/132，钢丝直径为 0.042 mm/0.13 mm。第二层（支持网格）是平纹编织方孔网，筛孔宽度为 0.63 mm，压延钢丝直径为 0.40 mm（详细情况见 GB/T 5330）。

6.6.4 过滤网组合 3

三层构架。第一层是斜纹荷兰网，每 25.4 mm 的经/纬线数为 165/1400，钢丝直径为 0.071 mm/0.04 mm。第二层（支持网格）是平纹编织方孔网，空隙宽度为 0.25 mm，压延钢丝直径为 0.16 mm。第三层（支持网格）是平纹编织方孔网，孔径为 0.63 mm，压延钢丝直径为 0.40 mm（详细情况见 GB/T 5330）。

注 1：可由利益双方协商比 6.6.2 所述更精细的过滤网组合。

注 2：过滤网组合、每单位长度孔数和每层的钢丝直径对过滤值测试结果至关重要，推荐从供应商处确认使用的过滤网组合规格要求。

6.7 密封圈

密封圈或滤片铝框直径为 $33.8\text{ mm} \pm 0.1\text{ mm}$ ，内径为 $28\text{ mm} \pm 0.1\text{ mm}$ 。

如果过滤网组合没有铝框，应使用一个密封圈。

7 测试混合物的制备

7.1 概述

在一个玻璃或塑料容器里将色母料（见 5.1）和基础测试聚合物（见 5.2）混合在一起，配成均匀的测试混合物。

注 1：混合物 1 推荐用于彩色颜料，混合物 2 推荐用于白色和炭黑颜料。

注 2：其他混合物可由利益双方商定。

注 3：着色剂的数量在 5 g 以下将导致严重的不准确性。

7.2 混合物 1

200 g 测试混合物（100 %），含有 5.0 g 着色剂（2.5 %）。

注：如果使用含有 40 % 着色剂的色母料，则质量配比为：12.5 g 色母料加 187.5 g 基础测试聚合物。

7.3 混合物 2

1 000 g 测试混合物（100 %），含有 80.0 g 着色剂（8 %）。

注：如果使用含有 40 % 着色剂的色母料，则质量配比为：200 g 色母料加 800 g 基础测试聚合物。

8 操作步骤

8.1 预处理

将整个设备（见第 6 章）预热到适于基础测试聚合物的处理温度。

每个测试完成后应对设备进行清理，或在每个测试前用基础测试聚合物（见 5.2）进行充分清洗。

8.2 测定

在分配板（见 6.5）前安装一个新的过滤网组合（见 6.6.2~6.6.4），注意密封圈（见 6.7）应能防止混合物从过滤网组合的边缘漏出。

等待充足的时间，使过滤网组合和分配板达到设定温度。基础测试聚合物（见 5.2）塑化后通过螺杆机挤出，熔体流首先从精细过滤网通过，最后从分配板流出。

熔体以规定的体积流量通过过滤网组合，直到熔融温度和压力保持不变。机器应保持一个稳定的熔体温度，偏差小于 $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

测量过滤网组合前基础测试聚合物产生的初始压力 P_s 。初始压力应为恒定值。当料斗空至挤出螺杆刚好可见时加入测试混合物（见 5.3）。

注：由于基础测试聚合物和测试混合物不同的流变特性，可能产生压力降。

测试混合物进料完成后，在挤出机螺杆刚好再次可见时加入 100 g 基础测试聚合物。一旦挤出机螺杆再次可见，测试即完成。

用记录的数据确定最大压力 P_{\max} ，并计算过滤值。

趁热拆开过滤网组合，用基础测试聚合物对机器进行充分清洗，以便进行下一个测试。

9 过滤值 (FPV)

过滤值定义为每克着色剂压力的增加量，按公式 (1) 计算：

$$FPV = \frac{P_{\max} - P_s}{m}$$

..... (1)

式中：

FPV——过滤值的数值，单位为兆帕每克 (MPa/g)；

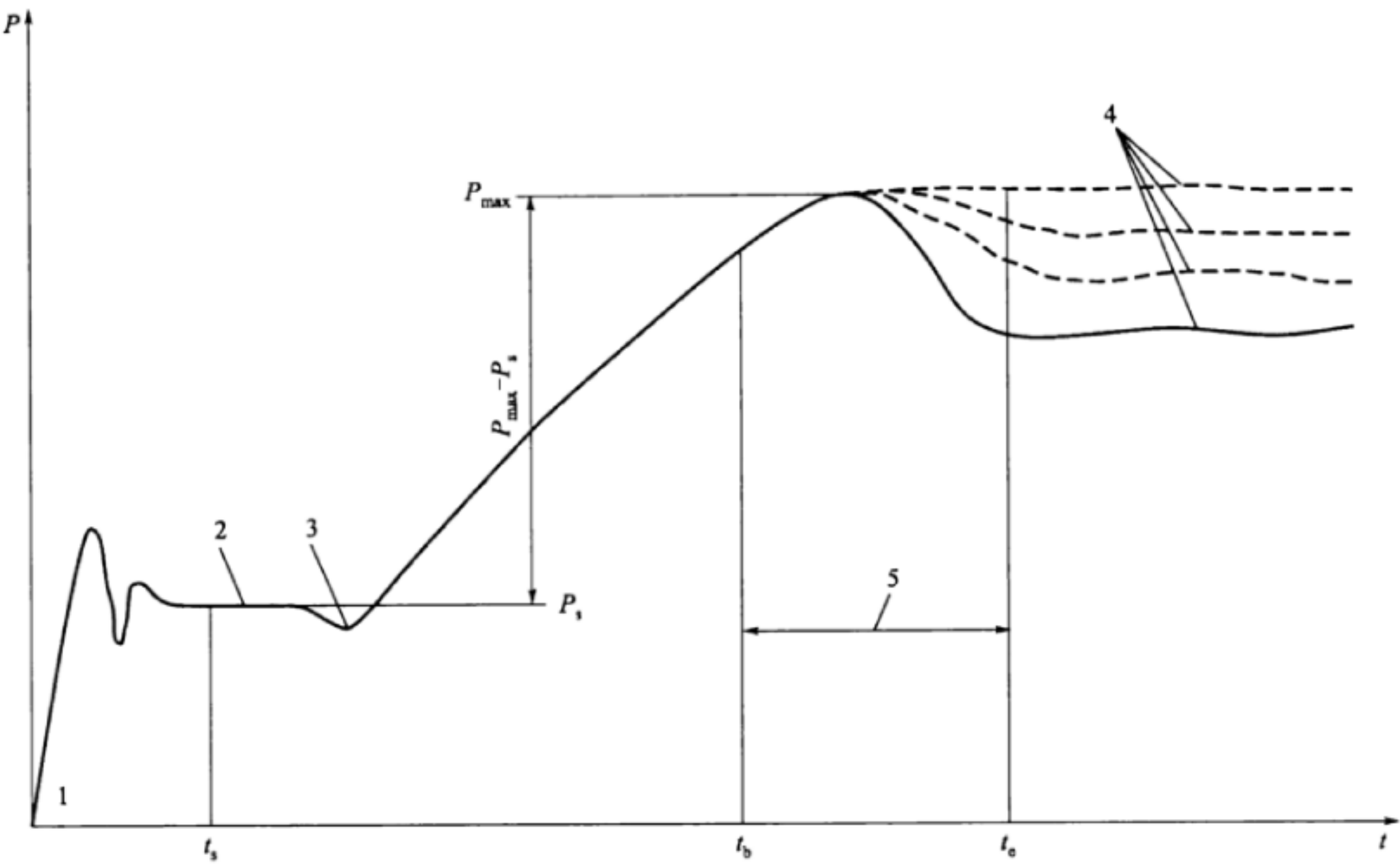
P_s ——初始压力的数值，单位为兆帕 (MPa)；

P_{\max} ——最大压力的数值，单位为兆帕 (MPa)；

m ——在测试中使用的着色剂的质量的数值，单位为克 (g)。

推荐过滤值数值精确到小数点后 2 位。

典型的测试过程压力曲线如图 2 所示。



说明：

1 —— 开始时间；

2 —— 初始压力 P_s ；

3 —— 因流变特性引起的压力降；

4 —— 取决于测试混合物产生的压力差异；

5 —— 用 100 g 基础测试聚合物清洗；

P —— 压力；

P_s —— 初始压力；

P_{\max} —— 最大压力；

t —— 时间；

t_s —— 用基础混合物填充料斗，测试初始压力的时间；

t_b —— 完成测试混合物挤出的时间；

t_e —— 压力监控结束，测试最大压力 P_{\max} 的时间。

图 2 典型的压力曲线

10 试验报告

试验报告应至少包括下列信息：

- a) 本部分编号 (HG/T 4768.5)；
- b) 识别待测试色母料所必需的详细信息；
- c) 识别基础测试聚合物所必需的详细信息；
- d) 测试混合物的描述 (见第 7 章)；
- e) 关于测试程序和测试条件所有必需的详细信息 (例如测试设备、过滤网组合的型号、熔融温度、熔体体积流量)；
- f) 试验结果 (见第 9 章)；
- g) 与规定试验方法的差异；
- h) 试验日期。

11 精确度

本部分仅规定了试验方法的原理和使用的操作程序，但也允许改变使用的设备尺寸和测试混合物的组成。因此，方法本身不能建立精确度数据，精确度应根据测试实验室使用的仪器和测试混合物以及测试的颜料牌号，通过重复性和再现性的试验确定。

附录 A
(规范性附录)
分配板

单位为毫米

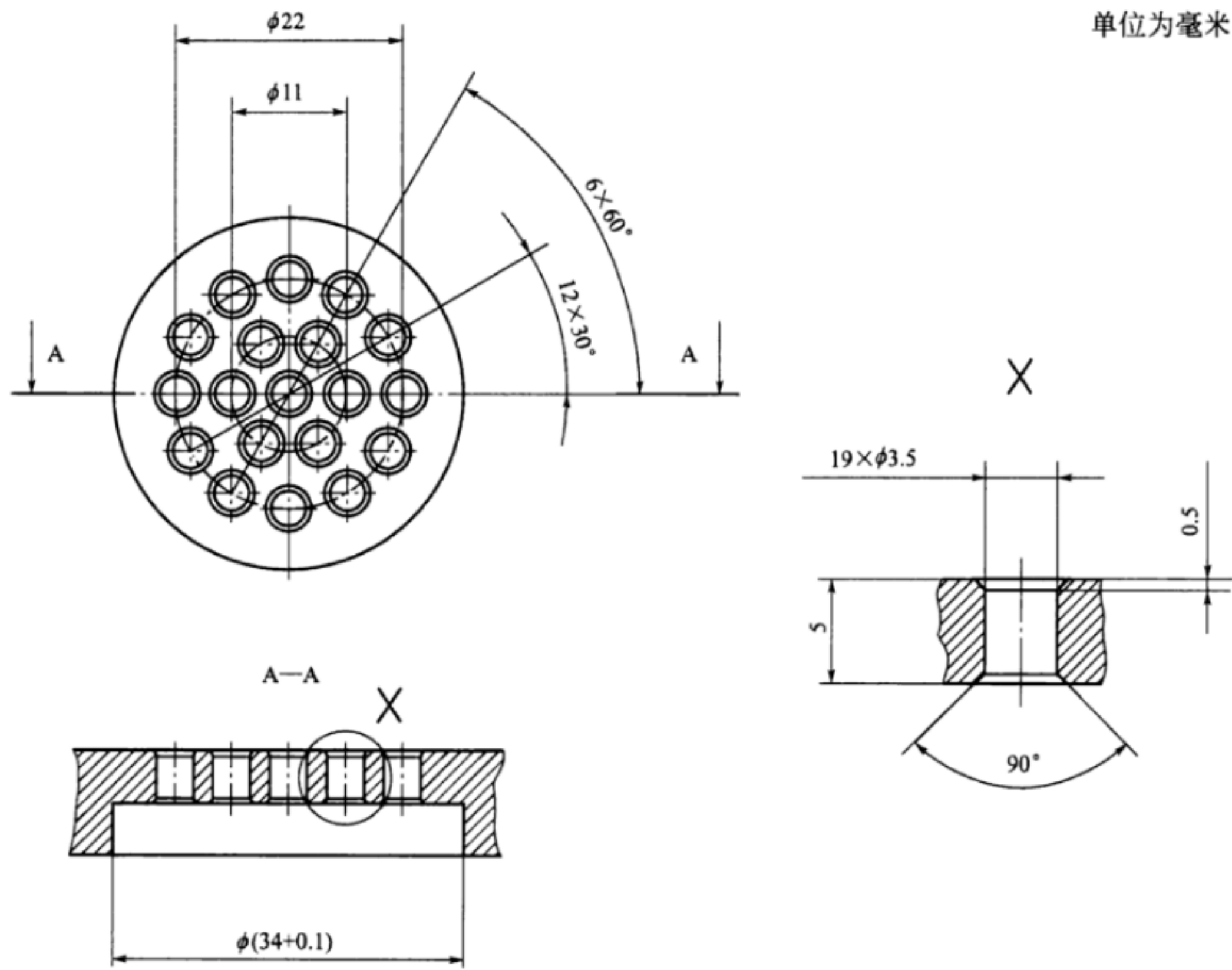


图 A. 1 分配板

附 录 B
(资料性附录)
试验报告示例

下面的试验报告示例是基于本部分方法制定过程中进行的循环试验的结果之一。

- a) HG/T 4768.5;
 - b) PP 基色母料 (40 %颜料含量。颜料索引号: 颜料绿 7);
 - c) 纤维级 PP, 熔体流动速率 (*MFR*) 230 °C/2.16 kg 为 25 g/10 min;
 - d) 12.5 g 色母料 [b)] 和 187.5 g 纤维级聚丙烯 [c)];
 - e) 仪器: 熔融温度 230 °C, 熔体流量 54 cm³/min, 过滤网组合 1 (6.6.2);
 - f) *FPV*=0.08 MPa/g;
 - g) 无偏离;
 - h) 2012-11-25。
-

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 5 部 分：加 热 熔 融 挤 出 机 法 测 定 着 色 剂 分 散 性
HG/T 4768.5—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 13.2 千 字
2015 年 4 月 北 京 第 1 版 第 1 次 印 刷
书 号：155025·1971

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