

11772-73



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

**ДИСПЕРСИИ ПОЛИМЕРОВ
И СОПОЛИМЕРОВ ВОДНЫЕ**

МИКРОФОТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

РАЗМЕРА ЧАСТИЦ

ГОСТ 11772-73

Издание официальное

Цена 2 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
СОВЕТА МИНИСТРОВ СССР

Москва



РАЗРАБОТАН Научно-производственным объединением «Пласт-полимер»

Генеральный директор Поляков З. Н.

Руководители темы и исполнители: Мартынов М. А., Каширина Н. Б.

ВНЕСЕН Министерством химической промышленности

Член Коллегии Зимин В. М.

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ

Отделом химии и нефтепродуктов Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР

Начальник отдела Пенязь И. В.

Ст. инженер Литвин Т. Ф.

Научным отделом стандартизации продукции химической и нефте-перерабатывающей промышленности Всесоюзного научно-исследовательского института стандартизации (ВНИИС)

Зав. отделом Медведева Т. В.

Инженер Бабушкина И. Н.

УТВЕРЖДЕН Государственным комитетом стандартов Совета Министров СССР 6 марта 1973 г. (протокол № 26)

Председатель отраслевой научно-технической комиссии зам. председателя Госстандарта СССР Малышков П. С.

Члены комиссии: Белова Е. М., Грейниман С. Б., Лейбчик Л. Г., Милованов А. П., Пенязь И. В., Степанов А. В., Ушаков В. П.

ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 5 апреля 1973 г. № 834

**ДИСПЕРСИИ ПОЛИМЕРОВ И СОПОЛИМЕРОВ
ВОДНЫЕ****Микрофотографический метод определения
размера частиц**Dispersions of polymers and copolymers aqueous.
Microphotographic method for the determination
of particle size**ГОСТ
11772—73****Взамен
ГОСТ 11772—66****Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров
СССР от 5 апреля 1973 г. № 834 срок действия установлен****с 01.07. 1974 г.****до 01.07. 1979 г.****Несоблюдение стандарта преследуется по закону**

Настоящий стандарт распространяется на водные дисперсии полимеров и сополимеров и устанавливает микрофотографический метод определения размера частиц.

Метод применим для водных дисперсий со сферическими частицами диаметром от 1 до 50 мкм.

1. АППАРАТУРА И МАТЕРИАЛЫ

1.1. Для определения размера частиц водных дисперсий полимеров и сополимеров применяются:

полный комплект биологического микроскопа МБИ или микроскоп типа МБР и МИН-8, МИН-9 с микрофотонасадкой МФН-12 по ГОСТ 8284—67;

объект-микрометр по ГОСТ 7513—55;

фотоувеличитель;

спирт этиловый синтетический по ГОСТ 11547—65 или

спирт технический гидролизный по ГОСТ 17299—71;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

бумага фотографическая по ГОСТ 10752—64, № 3—7;

фотопленки фотографические по ГОСТ 5554—70, чувствительностью 65, 130 единиц;

стекло предметное 40×40×1,5 мм по ГОСТ 9284—59;

стекло покрывное 20×20 мм по ГОСТ 6672—59.

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. На предметное стекло, протертое бязью или батистом, смоченными этиловым спиртом, наносят тонкий слой раствора водной дисперсии и сверху покрывают покровным стеклом. Дисперсию разбавляют дистиллированной водой до тех пор, пока не появляется возможность наблюдать единичные частицы.

2.2. В тубус микроскопа вводят окуляр $20\times$ увеличением, в револьвер объективов — объектив планхромат $20\times 0,40$. В апертурную диафрагму устанавливают матовое стекло. Фотокамеру, позволяющую получить кадр размером 24×36 мм, заряжают фотопленкой. Фотокамера крепится зажимным винтом к фототубусу микроскопа.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. На столик микроскопа помещают предметное стекло с препаратом водной дисперсии и ведут наблюдение. При помощи микрометрического винта добиваются резкого изображения наблюдаемого поля, затем выбирают поле с четким изображением отдельных частиц, устанавливают рамку, переводят выключатель призмы в положение «выключено», дают максимальное освещение и нажимают на кнопку спуска затвора фотокамеры. С поля делают не менее трех снимков. После того, как сфотографировано нужное количество препаратов, фотокамеру с микроскопа снимают и разряжают в темноте.

Негатив, полученный при съемке, имеет $225\times$ увеличение.

3.2. Фотоснимки водной дисперсии должны иметь $800\times$ увеличение. Поэтому полученные негативы размером 24×36 мм доводят до указанного увеличения при помощи фотоувеличителя.

3.3. Увеличение полученного фотоснимка контролируют негативом объект-микрометра размером 24×36 мм. Для этого объект-микрометр помещают на предметный столик микроскопа, при помощи микрометрического винта добиваются резкого изображения шкалы объект-микрометра с ценой деления 0,01 мм и фотографируют. Негатив обрабатывают. Затем негатив с изображением шкалы объект-микрометра помещают в кадровое окно фотоувеличителя. Фотоувеличитель включают в сеть и проектируют негатив с изображением шкалы объект-микрометра на фотоэкран (увеличительную рамку). С помощью фотоувеличителя подбирают увеличение так, чтобы одно деление объект-микрометра негатива пленки было 8 мм, что соответствует $800\times$ увеличению. На фотоэкран увеличителя помещают фотобумагу и печатают фотоснимок шкалы объект-микрометра. Снимок объект-микрометра делают один раз и пользуются им для контроля увеличения постоянно.

Фотоснимок шкалы объект-микрометра помещают на фотоэкран увеличителя. Перемещением фонаря фотоувеличителя по вертикали добиваются совпадения проекции делений негатива шкалы объект-микрометра с делениями объекта-микрометра фотоснимка. Добившись совпадений, фотоснимок с фотоэкрана снимают, а на его место помещают фотобумагу. В кадровом окне фотоувеличителя перемещают фотопленку на кадр с препаратом водной дисперсии и проектируют его на фотобумагу. Позитив обрабатывают в обычном порядке.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Цену деления миллиметровой линейки (X) в микрометрах при визуальном определении размера частицы с фотоснимка вычисляют по формуле

$$X = \frac{A}{B},$$

где A — 1 мм измерительной линейки при 1000 мкм;

B — кратность увеличения при фотографировании водной дисперсии.

4.2. Для определения размера частиц водной дисперсии миллиметровую линейку прикладывают строго по центру к четко обозначенной на полученном фотоснимке частице водной дисперсии и определяют число делений, которое занимает в поперечнике частица. Измерения ведут только на переднем плане фотоснимка.

Размер частиц водной дисперсии (X_1) в микрометрах вычисляют по формуле

$$X_1 = X \cdot n,$$

где X — цена деления миллиметровой линейки, мкм;

n — число делений миллиметровой линейки, которое занимает частица в поперечнике.

4.3. Полидисперсность водной дисперсии характеризуется тремя показателями, сведенными в рабочую таблицу: размером частиц, числом частиц данного размера и отношением частиц данного размера к общему числу измеренных частиц.

4.4. Для статистической обработки результатов измеряются 25 частиц подряд на фотоснимке.

4.4.1. Среднее арифметическое значение размера частиц (\bar{X}) в микрометрах вычисляют по формуле

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2 + \dots + X_{25}}{25},$$

где X_1 , X_2 и т. д. — размеры каждой частицы, мкм.

4.4.2. Среднее квадратическое отклонение размеров частиц (σ) в микрометрах вычисляют по формуле

$$\sigma = \sqrt{\frac{(X_1 - \bar{X})^2 + (X_2 - \bar{X})^2 + \dots + (X_{25} - \bar{X})^2}{25}}$$

4.4.3. Среднее абсолютное отклонение размера частиц (a) в микрометрах вычисляют по формуле

$$a = \frac{|X_1 - \bar{X}| + |X_2 - \bar{X}| + \dots + |X_{25} - \bar{X}|}{25},$$

где $|X_i - \bar{X}|$ — абсолютное отклонение размера отдельной частицы.

4.4.4. Относительное отклонение (ξ) в процентах вычисляют по формуле

$$\xi = \frac{a \cdot 100}{\bar{X}}.$$

4.4.5. Проверяется соотношение $a \geq 0,75\sigma$. Если это условие выполняется, то 25 проделанных измерений достаточно, чтобы утверждать что средний размер частиц водной дисперсии, вычисленный с вероятностью 0,99 и абсолютным a , относительным ξ и средним квадратическим σ отклонениями равен \bar{X} .

4.4.6. Если $0,5\sigma < a < 0,75\sigma$, то число измерений следует увеличить до 50.

Если $a \leq 0,5\sigma$, то число измерений должно быть равно 100. При числе испытаний равным 50 или 100, величины \bar{X} , a и ξ вычисляют заново.

4.5. Результаты испытаний записывают в протокол, который должен содержать.

- название материала, его марку, номер партии;
- рабочую таблицу полидисперсности образца;
- средний размер частиц, мкм;
- среднее абсолютное отклонение размера частиц, мкм;
- относительное отклонение, %;
- дату испытания;
- обозначение настоящего стандарта.

Редактор Н. Е. Шестакова

Технический редактор С. Ю. Миронова

Корректор Л. А. Пономарева