

---

---

**Вещества пленкообразующие для  
красок и лаков. Определение  
температуры размягчения.**

Часть 1.

**Метод кольца и шара**

*iTeh STANDARD PREVIEW*  
*(standards.iteh.ai)*

*Binders for paints and varnishes - Determination of softening point -  
Part 1: Ring-and-ball method*

ISO 4625-1:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/912ef79c-561a-4732-84b7-ac195caf6203/iso-4625-1-2004>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R  
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер  
ISO 4625-1:2004(R)

**Отказ от ответственности при работе в PDF**

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe - торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 4625-1:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/912ef79c-561a-4732-84b7-ac195caf6203/iso-4625-1-2004>



**ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ**

© ISO 2004

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Опубликовано в Швейцарии

## Содержание

Страница

Предисловие .....	iv
1 Область применения .....	1
2 Нормативные ссылки .....	1
3 Термины и определения .....	1
4 Принцип .....	1
5 Отбор проб и приготовление проб для испытания.....	2
6 Материалы (жидкости для нагревательной бани) .....	3
7 Ручной метод кольца и шара .....	3
8 Автоматический метод кольца и шара.....	7
9 Обработка результатов .....	8
10 Прецизионность и систематическая ошибка .....	8
11 Протокол испытания.....	10

iteh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 4625-1:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/912ef79c-561a-4732-84b7-ac195caf6203/iso-4625-1-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/912ef79c-561a-4732-84b7-ac195caf6203/iso-4625-1-2004>

## Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член ISO, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO непосредственно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам электротехнической стандартизации.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основной задачей технических комитетов является разработка международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

Международный стандарт ISO 4625-1 разработан Техническим комитетом ISO/TC 35, *Краски и лаки*, Подкомитетом SC 10, *Методы испытаний пленкообразующих веществ для красок и лаков*.

Он отменяет и заменяет ISO 4625:1980, который был подвергнут техническому и редакторскому пересмотру для гармонизации его со стандартом ASTM E 28-99, *Стандартный метод определения температуры размягчения смол из шкиперского имущества на аппарате кольцо-шар*. Основные изменения состоят во введении автоматической методики и делении значений температуры размягчения на четыре диапазона: менее 35 °C, от 35 °C включительно и до менее 80 °C, от 80 °C включительно и до 150 °C и более 150 °C. Метод формования для приготовления проб для испытаний был отменен.

ISO 4625 состоит из следующих частей под общим названием *Вещества пленкообразующие для красок и лаков. Определение температуры размягчения*:

- *Часть 1. Метод кольца и шара*
- *Часть 2. Метод чашки и шара*

# Вещества пленкообразующие для красок и лаков. Определение температуры размягчения.

## Часть 1. Метод кольца и шара

### 1 Область применения

Настоящая часть ISO 4625 устанавливает методы определения температуры размягчения смол (включая канифоль) и аналогичных материалов на аппарате «кольцо-шар».

Стандарт устанавливает как ручной, так и автоматический методы.

### 2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

*ISO 5725-1, Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Общие принципы и определения*

*ISO 15528, Краски, лаки и сырье для них. Отбор проб*

*IEC 60751, Термометры сопротивления промышленные платиновые*

*ASTM E 691, Стандартная методика проведения межлабораторного исследования по определению прецизионности метода испытания*

### 3 Термины и определения

Применительно к настоящему документу используются следующие термины и определения.

#### 3.1 температура размягчения softening point

температура, при которой диск пробы, удерживаемый в горизонтально расположенном кольце, выдавливается вниз на расстояние 25,4 мм под действием груза стального шара в результате нагрева диска с заданной скоростью в бане с водой, глицерином, силиконовым маслом, этиленгликолем/водой или глицерином/водой

### 4 Принцип

Обычно для материалов, упомянутых в Разделе 1, размягчение не происходит при определенной температуре. При повышении температуры они постепенно изменяются от хрупких или очень вязких и материалов с низкой текучестью до более пластичных и менее вязких жидкостей.

Поэтому для получения сравнимых результатов определение температуры размягчения должно проводиться заданным, четко определенным методом.

В методах испытания, приведенных в этом международном стандарте, температура размягчения определяется как температура, при которой диск пробы, удерживаемый в горизонтально расположенном кольце, выдавливается вниз на расстояние 25,4 мм под действием груза стального шара в результате нагрева пробы со скоростью 5 °С/мин в бане с водой, глицерином, силиконовым маслом, этиленгликолем/водой или глицерином/водой.

## 5 Отбор проб и приготовление проб для испытания

### 5.1 Отбор проб

Отбирают среднюю (представительную) пробу продукта, подлежащего испытанию, как установлено в ISO 15528.

Проба должна состоять из свежемельченных кусочков продукта, поверхности которых не подверглись окислению. Для проб, полученных в виде небольших кусочков, очищают поверхностный слой кусочков непосредственно перед использованием, чтобы избежать включения тонкоизмельченного материала или пыли.

### 5.2 Приготовление проб для испытания методом разливки

#### 5.2.1 Область применения

Эта методика приготовления проб пригодна для смол (включая канифоль) и других веществ, которые могут быть нагреты и разлиты без неблагоприятного воздействия на их температуру размягчения.

#### 5.2.2 Аппаратура

##### 5.2.2.1 Контейнер, в котором может быть расплавлена проба

##### 5.2.2.2 Нож или шпатель

##### 5.2.2.3 Печь, нагревательная плитка, песчаная или масляная баня

#### 5.2.3 Методика

Отбирают количество пробы (см. 5.1), которое, по меньшей мере, в два раза превышает количество, необходимое для заполнения требуемого количества колец (7.1.1), но ни в коем случае не менее 40 г, и сразу же расплавляют ее в чистом контейнере (5.2.2.1), используя печь, нагревательную плитку, песчаную или масляную баню (5.2.2.3) для предотвращения местного перегрева. Принимают меры предосторожности, чтобы избежать захвата пузырьков воздуха пробой. Расплавляют пробу полностью, но не нагревают ее выше минимальной температуры, необходимой для ее свободной разливки. Период времени от начала нагревания пробы до ее разливки не должен превышать 15 мин.

Для термочувствительных материалов во время процедуры плавления в контейнере с пробой постоянно поддерживают инертную атмосферу, используя азот (N<sub>2</sub>).

В случае материалов, склонных к образованию трещин или дающих усадку в кольцах при охлаждении, предварительно нагревают кольца непосредственно перед их заливкой примерно до такой температуры, при которой материал подлежит разливке. Кольца во время заливки должны располагаться на соответствующей металлической поверхности. Наливают достаточное количество пробы в кольца таким образом, чтобы оставался ее избыток при охлаждении. Оставляют кольца для охлаждения, по меньшей мере, на 30 мин и срезают избыток материала по краям кольца. Для удаления избытка материала сверху кольца гладко срезают его слегка нагретым ножом или шпателем (5.2.2.2) или зажимают кольцо щипцами и быстро и плотно накрывают верхнюю поверхность пробы

для испытания нагретой металлической пластинкой. Если определение повторяют, используют чистый контейнер и свежеприготовленную пробу.

## 6 Материалы (жидкости для нагревательной бани)

**6.1 Дистиллированная или деионизированная вода**, свежекипяченая, для продуктов с температурой размягчения от 35 °С до 80 °С.

Используют свежекипяченую воду, которая была охлаждена до температуры, по меньшей мере, на 27 °С ниже предполагаемой температуры размягчения, но не ниже 5°С. Использование свежекипяченной воды является существенным, так как, в противном случае, на пробе для испытания могут образоваться пузырьки воздуха и оказать влияние на результат испытания.

**6.2 Глицерин**, для материалов с температурой размягчения от 80 °С до 150 °С, степени чистоты USP<sup>1)</sup> или эквивалентной чистоты.

Повторное использование глицерина будет со временем повышать содержание влаги и может оказать влияние на результат. Используют свежий глицерин, если отмечается какое-либо изменение внешнего вида.

Не используют глицерин для материалов с температурой размягчения выше 150 °С, поскольку температура вспышки глицерина 160 °С.

**6.3 Силиконовое масло (полиметилсилоксан)**, вязкостью 50 сСт, для материалов с температурой размягчения выше 80 °С.

Силиконовое масло должно быть стабильным до температуры, по меньшей мере, 200 °С, оставаться прозрачным в пределах этого интервала температур, не обладать видимой химической активностью к пробе для испытания, иметь высокую гидрофобность и сохранять постоянную вязкость и скорость перемешивания в пределах этого интервала температур.

Заменяют силиконовое масло свежим маслом, если отмечается какое-либо изменение внешнего вида. Не используют силиконовое масло, содержащие какие-либо гели, поскольку гели указывают на то, что произошло разложение.

**6.4 Этиленгликоль**, для материалов с температурой размягчения ниже 35 °С.

Перед определением приготавливают свежую смесь 1 + 1 (по объему) дистиллированной воды с этиленгликолем. В качестве альтернативы для материалов с температурой размягчения от 0 °С до 35 °С можно использовать смесь 1 + 1 (по объему) глицерина с водой.

## 7 Ручной метод кольца и шара

### 7.1 Аппаратура

**7.1.1 Кольца с заплечиками**, из латуни или стали, соответствующие размерам, указанным на рисунке. 1а).

**7.1.2 Стальные шары**, диаметром  $(9,53 \pm 0,1)$  мм и массой  $(3,50 \pm 0,05)$  г.

**7.1.3 Направляющая для шара** (не обязательно), из латуни, имеющая форму и размеры, указанные на Рисунке 1 с)

---

<sup>1)</sup> Фармакопея США.

**7.1.4** **Стакан из термостойкого стекла**, диаметром не менее 85 мм и высотой от дна до раструба не менее 125 мм (низкий стакан из термостойкого стекла вместимостью 800 мл соответствует этому требованию).

#### **7.1.5 Термометры**

**7.1.5.1 Термометр для низких температур размягчения**, с диапазоном измерения от  $-2\text{ }^{\circ}\text{C}$  до  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

**7.1.5.2 Термометр для средних температур размягчения**, с диапазоном измерения от  $30\text{ }^{\circ}\text{C}$  до  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

**7.1.5.3 Термометр для высоких температур размягчения**, с диапазоном измерения от  $-2\text{ }^{\circ}\text{C}$  до  $+300\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Или в качестве альтернативы любому из вышеперечисленных трех термометров:

**7.1.5.4 Термометр сопротивления**, например, Pt100 в соответствии с IEC 60751.

#### **7.1.6 Держатель для кольца и термометра**

Может использоваться любое подходящее устройство для удерживания кольца и термометра на месте при условии, что оно соответствует следующим требованиям:

**7.1.6.1** Кольца (7.1.1) должны удерживаться в горизонтальном положении.

**7.1.6.2** При использовании аппарата, показанного на Рисунке 1d), дно каждого кольца должно находиться на 25 мм выше горизонтальной пластинки, расположенной под ним, нижняя поверхность горизонтальной пластинки должна быть на 13 мм – 19 мм выше дна стакана (7.1.4), а глубина жидкости в стакане должна быть не менее 100 мм.

**7.1.6.3** Термометр должен быть подвешен таким образом, чтобы дно шарика термометра находилось на одном уровне с нижней границей колец и на расстоянии 13 мм от каждого кольца, но не касалось любого из колец. Для арбитражного испытания должно использоваться не более двух колец.

#### **7.1.7 Мешалка**

Жидкость в нагревательной бане (стакане) должна перемешиваться со скоростью, достаточной для обеспечения равномерного распределения тепла, не вызывающего бокового смещения смолы при ее размягчении в кольце. Обычно используют скорость перемешивания 500 оборотов/мин – 700 оборотов/мин. Может использоваться механическая мешалка с приводом, смонтированная таким образом, чтобы любая вибрация, возникающая при ее вращении, не передавалась непосредственно на держатель для колец, или магнитная мешалка, расположенная под баней.

**7.1.8 Устройство для нагрева жидкости для нагревательной бани**, способное поддерживать требуемую скорость нагрева.

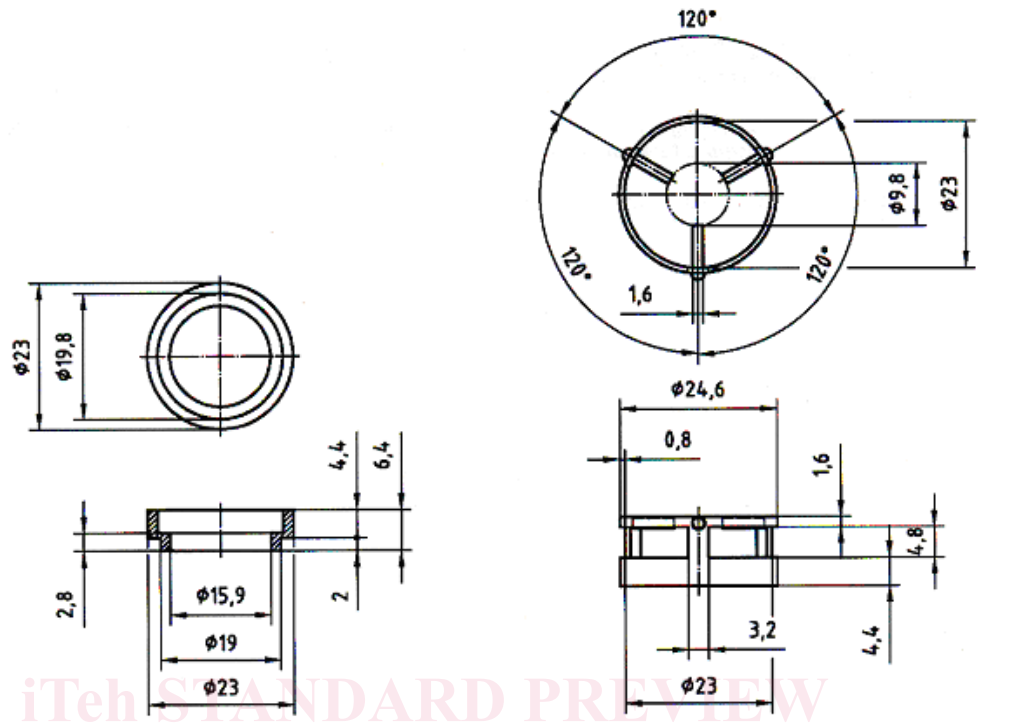
Может использоваться любое устройство, которое повышает температуру и автоматически регистрирует температуру размягчения.

## **7.2 Калибровка**

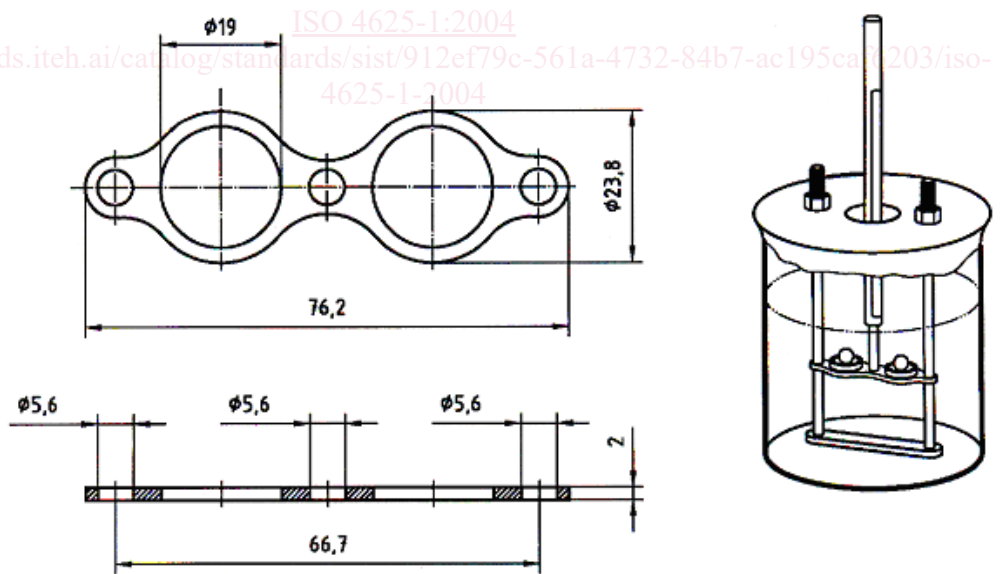
Проверка калибровки любого терморегулятора, используемого в аппарате для определения температуры размягчения ручным методом кольца и шара, должна проводиться регулярно, поскольку необходима точная регулировка температуры.



Размеры в миллиметрах  
 Все допуски  $\pm 0,2$  мм



a) Кольцо с заплечиком b) Направляющая для шара



c) Держатель для кольца d) Аппарат в сборе

Рисунок 1 — Аппарат, используемый для ручного определения температуры размягчения

### 7.3 Проведение измерений

#### 7.3.1 Проведение измерений для материалов с температурой размягчения от 35 °С до 80 °С

##### 7.3.1.1 Сборка аппарата

Заполняют стакан (7.1.4) свежее кипяченой дистиллированной или деионизированной водой (6.1) на глубину  $(105 \pm 3)$  мм. Используют свежее кипяченую воду, которая была охлаждена до температуры, по меньшей мере, на 27 °С ниже предполагаемой температуры размягчения, но не ниже + 5°С.

При использовании мешалки с приводом (7.1.7) располагают ось вала мешалки вблизи задней стенки стакана таким образом, чтобы ее лопасти очищали стенку, а нижняя поверхность лопастей находилась примерно на 19 мм выше верхних поверхностей колец (7.1.1). Если не используется направляющая для шара (7.1.3), делают небольшую вмятину в центре каждой пробы для испытания, нажимая на материал в этой точке шаром (7.1.2) или закругленным стержнем, слегка нагретыми в случае твердых материалов. Центрируют шар на поверхности каждой пробы для испытания. Подвешивают кольца с пробами для испытания в воде так, как описано в 7.1.6.2 при использовании аппарата, показанного на рисунке 1 d).

Подвешивают термометр при определении низких температур размягчения (7.1.5.1) таким образом, чтобы дно шарика термометра находилось на одном уровне с нижней границей колец и на расстоянии 13 мм от каждого кольца, но не касалось любого из колец. Выдерживают начальную температуру воды в течение 15 мин.

Включают мешалку (7.1.7). Продолжают перемешивание до окончания измерения.

##### 7.3.1.2 Нагрев

Нагревают таким образом, чтобы температура воды повышалась со скоростью 5 °С/мин. При необходимости защищают стакан от сквозняков с помощью экрана. Скорость повышения температуры должна быть равномерной, т.е. не усредненной на протяжении определения. После первых 3 мин нагрева максимальное допустимое отклонение на протяжении любого периода, равного 1 мин, должно составлять  $\pm 0,5$  °С/мин. Отбрасывают результаты любых определений, при которых скорость повышения температуры выходит за эти пределы.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Строгое соблюдение заданной скорости нагрева является существенным для воспроизводимости результатов.

##### 7.3.1.3 Определение температуры размягчения

В качестве температуры размягчения фиксируют температуру термометра в тот момент, когда проба для испытания прикоснется к нижней горизонтальной пластинке. Не делают поправку на выходящий капилляр термометра. Температуру размягчения можно регистрировать автоматически, например, с помощью подходящего светолучевого осциллографа.

Когда шар падает через кольцо, он должен быть полностью окружен размягченной смолой и падать вертикально вниз на нижнюю горизонтальную пластинку.

Тщательно очищают держатель для кольца, шары и кольца соответствующим растворителем после каждого определения.

#### 7.3.2 Проведение измерений для материалов с температурой размягчения от 80 °С до 150 °С

Применяют ту же самую методику, которая описана в 7.3.1, но заполняют баню глицерином или силиконовым маслом, и используют термометр для средних температур размягчения (7.1.5.2). Максимальная допустимая начальная температура масляной бани на 27 °С ниже предполагаемой температуры размягчения.