



中华人民共和国国家标准

GB/T 33315—2016

塑料 酚醛树脂 凝胶时间的测定

Plastics—Phenolic resins—Determination of the gel time

(ISO 9396:1997, Plastics—Phenolic resins—Determination of the gel time of resols under specific conditions using automatic apparatus, MOD)

2016-12-13 发布

2017-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 9396:1997《塑料 酚醛树脂 用自动测定仪测定规定条件下热固性酚醛树脂的凝胶时间》。

本标准与 ISO 9396:1997 相比存在技术性差异,这些差异涉及的条款已通过在其外侧页边空白位置的垂直单线(⏏)进行了标示。

本标准与 ISO 9396:1997 的主要技术性差异及其原因如下:

- 在第 1 章“范围”中增加了相应测试方法的适用范围;因为本标准增加了国内通用测试方法(方法 A);
- 增加了手动测试方法(见第 2 章);因为该方法为目前国内通用的测试方法;
- 删除了国际标准第 2 章“试样制备”,分别在两种测试方法中增加“试样”要求(见 2.3、3.3);
- 将国际标准中的精密度以附录 A 表示,标准条文中做相应说明(见 3.5);因为方法 B 未获得实验室间相关数据;
- “试验报告”增加选用方法的要求[见第 4 章 b)];因为本标准增加了方法 A。

本标准还做了下列编辑性修改:

- 方法 B“操作步骤”增加了条号。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国塑料标准化技术委员会热固性塑料分技术委员会(SAC/TC 15/SC 11)归口。

本标准起草单位:山东圣泉新材料股份有限公司、中蓝晨光化工研究设计院有限公司、上海欧亚合成材料有限公司、常熟东南塑料有限公司、沙县宏盛塑料有限公司、中蓝晨光成都检测技术有限公司、珠海大象磨料磨具有限公司、枣阳天成摩擦材料有限公司、宁波大华砂轮有限公司。

本标准主要起草人:唐惠、王景红、王永桂、陈则凌、李强、陈基伟、刘力荣、邹艳玲、徐平、张和平。

塑料 酚醛树脂 凝胶时间的测定

1 范围

本标准规定了在给定温度 100℃、130℃ 和 150℃,规定条件下用方法 A、方法 B 测定酚醛树脂凝胶时间的两种方法。

本标准方法 A 适用于液体热固性树脂,方法 B 适用于液体热固性树脂及低熔点固体热固性树脂。

本标准不适用于凝胶时间短的粉状树脂,如热塑性树脂与六次甲基四胺的混合物。这类树脂在试管中刚开始熔化就交联,并变得过于黏稠,不能给出有意义的结果。本标准特别不适用于含有大量低沸点溶剂的树脂。这类树脂在固化时伴随着沸腾和蒸发。

测定催化剂存在时树脂的凝胶时间,催化剂应按合适的比例加入,并在测试报告中注明所用催化剂的种类和处理情况。

2 方法 A(手动法)

2.1 原理

反口试管放入油浴中,用不锈钢棒在试管中顺时针搅拌液体热固性酚醛树脂,直至树脂变为凝胶所需的时间。

2.2 仪器

2.2.1 恒温调节浴:最高温度 200℃,选定测试温度的控温精度为 $\pm 0.5^\circ\text{C}$ 。浴液(如硅油)的密度应为 $1\text{ g/cm}^3 \pm 0.1\text{ g/cm}^3$ 。

2.2.2 反口试管:直径 $10\text{ mm} \pm 0.2\text{ mm}$,长 $77\text{ mm} \pm 2\text{ mm}$ 。

2.2.3 不锈钢棒:直径 $1.2\text{ mm} \pm 0.1\text{ mm}$,长约 130 mm。

2.2.4 秒表,精度为 1 s。

2.2.5 铁架台和配套试管夹。

2.2.6 一次性注射器。

2.3 试样

试样应密封保存,8 h 内可室温保存,长时间保存时应在 $0^\circ\text{C} \sim 10^\circ\text{C}$ 下冷藏保存。测试时试样无需预处理,直接用于测试。

2.4 操作步骤

2.4.1 测定两个平行样,或根据相关方协商测定更多的平行样。

2.4.2 根据相关方商定,测试温度应为 100℃、130℃ 或 150℃。

2.4.3 将反口试管(2.2.2)固定于已恒定好温度的恒温调节浴(2.2.1)中预热 5 min,试管口距离浴液面不得高于 25 mm。

2.4.4 用一次性注射器(2.2.6)将 0.5 mL 试样注入反口试管底部,注意避免试样粘附在试管上壁,启动秒表(2.2.4)开始计时。

2.4.5 立即放入不锈钢棒(2.2.3)并按顺时针方向搅拌,连续搅拌 1 min,然后改为每隔 10 s 搅拌 5 s。

2.4.6 当黏度明显变大时,连续搅拌,并随时将不锈钢棒向上提起观察,直至树脂从不锈钢棒上脱落或将不锈钢棒迅速提离反口试管时不会有树脂细丝被带出管外,若观察到这两种现象之一时,即停止计时,并记录下时间,此时间即为试样的凝胶时间。

2.5 结果表示

取两个平行测试值的平均值为测定结果,若两个平行测试值之差的绝对值大于其平均值的 8%,则应重新进行测试。

3 方法 B(自动法)

3.1 原理

在盛有试样的试管中放入活塞使其往复运动,当样品的黏度变大并使试管与活塞一起升起时即到达凝胶时间,此时自动停止计时。

3.2 仪器

3.2.1 自动凝胶时间测定仪:如图 1 所示,活塞的往复周期应为 10 s 或由相关方商定。频率应在测试报告中注明。

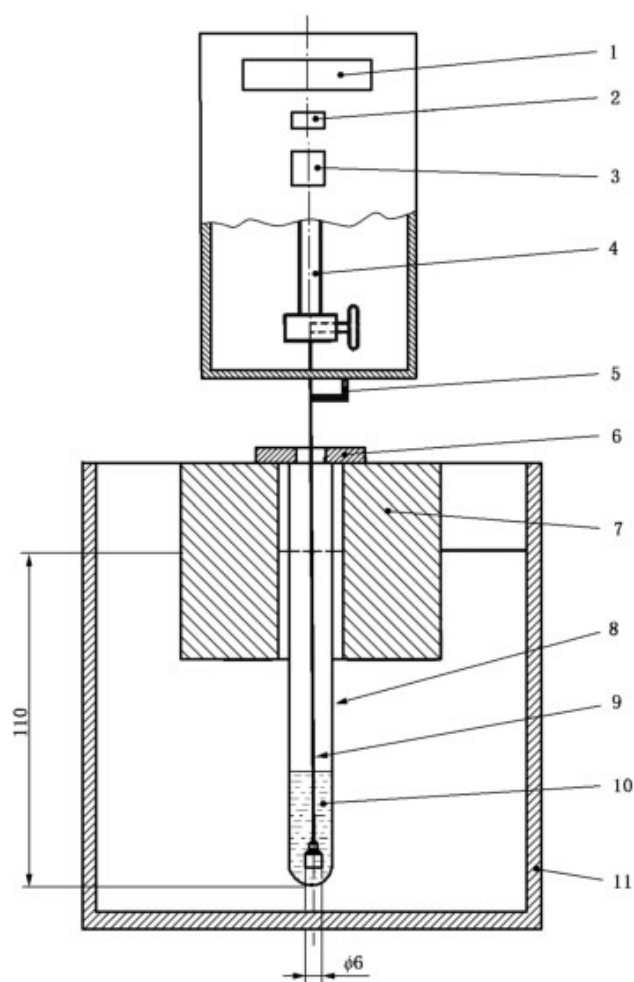
3.2.2 恒温调节浴:最高温度 200 °C,控温精度为 ± 0.5 °C。浴液(如硅油)的密度应为 $1\text{ g/cm}^3 \pm 0.1\text{ g/cm}^3$ 。

3.2.3 活塞:带螺旋的金属丝,长约 23 cm,直径约 1 mm;金属丝末端呈螺旋形,高约 5 mm,直径 5 mm 至 6 mm。

3.2.4 试管:质量 $10\text{ g} \pm 1\text{ g}$,内径 $16\text{ mm} \pm 0.2\text{ mm}$,长 $160\text{ mm} \pm 4\text{ mm}$ 。

3.2.5 金属环:质量 10 g 或 20 g,用于固定试管于恒温调节浴中。

3.2.6 天平:精度 0.1 g。



说明：

- 1 —— 电子计时器；
- 2 —— 计时器设定按钮；
- 3 —— 活塞与计时器启动按钮；
- 4 —— 活塞电机；
- 5 —— 活塞与计时器制动杆；
- 6 —— 金属环；

- 7 —— 试管支架；
- 8 —— 试管；
- 9 —— 活塞(非铝质)；
- 10 —— 酚醛树脂试样；
- 11 —— 恒温调节浴,内盛适合最高使用温度的液体。

图 1 活塞式凝胶时间测定仪

3.3 试样

试样应密封保存,8 h 内可室温保存,长时间保存时应在 0℃~10℃ 下冷藏保存。测试时试样无需预处理,直接用于测试。

3.4 操作步骤

3.4.1 测定两个平行样,或根据相关方协商测定更多的平行样。

3.4.2 称取 $5\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ 树脂于试管(3.2.4)中。将金属环套在试管上端,使试管固定在恒温浴中,防止

其在凝胶点到达之前因树脂黏度变大而被过早地提起。环的质量应为:用于测定液体热固性树脂的为 10 g;用于测定固体或粉状热固性树脂的为 20 g。

3.4.3 根据相关方商定,测试温度应为 100 °C、130 °C 或 150 °C。

3.4.4 将装有树脂试样的试管放进试管支架,立即启动活塞与计时器启动按钮。测液体树脂时,立即连接活塞。测固体树脂时,应等到树脂熔化后再连接。测试过程中,应保持试管底部浸入恒温调节浴液面下 11 cm 处,部分试管架也应浸入浴液。

3.4.5 当试管随着活塞一起上下运动即试管开始在试管架中移动时,即到达凝胶时间。凝胶时间到达时,仪器自动停止。

3.5 精密度(检测误差)

本方法未获得实验室间数据,因此未得到精密度。

注:ISO 9396:1997 中精密度参见附录 A。

4 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 注明采用本标准;
- b) 选用的方法(方法 A、方法 B);
- c) 所有识别样品测试的必要细节;
- d) 凝胶时间平行测定结果的算术平均值,精确至 0.1 min;
- e) 测试温度;
- f) 活塞运动频率(选用方法 B 时)。

附 录 A
(资料性附录)
ISO 9396:1997 中精密度

A.1 重复性(r)

同一个人在同一个实验室用标准方法在短时间间隔内测试同一物质,两个测试结果(均为平行测定的平均值)的绝对偏差在置信概率为 95%时为 2%~8%(取决于树脂类型)。

A.2 再现性(R)

不同的人在不同的实验室用标准方法测试同一种物质,两个测试结果(均为平行测定的平均值)的绝对偏差在置信概率为 95%时为 20%。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
塑料 酚醛树脂 凝胶时间的测定
GB/T 33315—2016

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

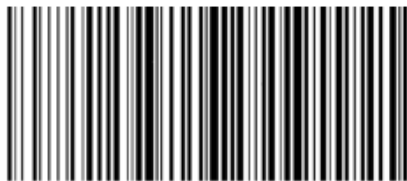
服务热线: 400-168-0010

2016年12月第一版

*

书号: 155066 · 1-55149

版权专有 侵权必究



GB/T 33315-2016