



中华人民共和国国家标准

GB/T 24148.9—2014

塑料 不饱和聚酯树脂(UP-R) 第9部分:总体积收缩率测定

Plastics—Unsaturated polyester resins (UP-R)—
Part 9: Determination of overall volume shrinkage

(ISO 3521:1997 and ISO 3521:1997/Cor 1:2003, Plastics—
Unsaturated polyester and epoxy resins—
Determination of overall volume shrinkage, MOD)

2014-07-08 发布

2014-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
塑料 不饱和聚酯树脂(UP-R)
第 9 部分:总体积收缩率测定
GB/T 24148.9—2014

*

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.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字
2014 年 9 月第一版 2014 年 9 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-49976 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

前 言

GB/T 24148《塑料 不饱和聚酯树脂(UP-R)》分为以下 9 部分：

- 第 1 部分：命名系统；
- 第 2 部分：试样制备和性能测定；
- 第 3 部分：技术要求；
- 第 4 部分：黏度的测定；
- 第 5 部分：固体含量测定；
- 第 6 部分：130 ℃反应活性测定；
- 第 7 部分：室温条件下凝胶时间的测定；
- 第 8 部分：铂-钴比色法测定颜色；
- 第 9 部分：总体积收缩率测定。

本部分为 GB/T 24148 的第 9 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分使用重新起草法，修改采用 ISO 3521:1997《塑料 不饱和聚酯树脂和环氧树脂 整体体积收缩率测定》(英文版)和修改单 ISO 3521:1997/Cor 1:2003。

本部分与 ISO 3521:1997 和 ISO 3521:1997/Cor 1:2003 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。

本部分与 ISO 3521:1997 的主要技术差异及其原因如下：

- 本部分范围仅适用于液态不饱和聚酯树脂的总体积收缩率测定。
- 删除了“6.1.2 环氧树脂”的相关内容，这是因为本部分范围仅适用于液态不饱和聚酯树脂，环氧树脂不属于不饱和聚酯树脂范围之内。

本部分为了便于使用，还做了下列编辑性修改：

- 把“本国际标准”一词改为“本部分”或“GB/T 24148.9—2014”
- 删除了 ISO 3521:1997 的前言；
- 增加了国家标准的前言；
- 把“规范性引用文件”一章所列的国际标准用对应的等同采用该文件的我国国家标准代替。

本部分由中国石油和化学工业联合会提出。

本部分由全国塑料标准技术委员会热固性塑料分会(SAC/TC 15/SC 11)归口。

本部分负责起草单位：华东理工大学华昌聚合物有限公司。

本部分参加起草单位：浙江天和树脂有限公司、国家合成树脂质量监督检验中心、天津合材树脂有限公司、江苏富菱化工有限公司、常州天马集团有限公司、江苏亚邦涂料股份有限公司。

本部分主要起草人：杨萌、马勇、赵平、肖淑红、杨晨、宣维栋、朱锐。

塑料 不饱和聚酯树脂(UP-R)

第9部分:总体积收缩率测定

1 范围

GB/T 24148 的本部分规定了不饱和聚酯树脂总体积收缩率的测定方法。
本部分适用于液态不饱和聚酯树脂。

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 15223—2008 塑料 液体树脂 用比重瓶法测定密度(ISO 1675:1985, IDT)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

总体积收缩率 overall volume shrinkage

浇铸件固化过程及固化后冷却至室温时产生的体积收缩总和。

4 原理

总体积收缩率是通过测量同一样品固化前后的密度计算得来。

先测定树脂合成物的密度:

- 在混合各组分的初始温度条件下测量,混合组分中不包括不饱和聚酯树脂中的引发剂(见 6.1.2 注 1);
- 样品固化完成后在 23 ℃ 下状态调节。

总体积收缩率是通过对样品固化前后的密度变化的百分比计算得来:

$$\text{总体积收缩率} = \frac{\text{固化后样品密度} - \text{固化前样品密度}}{\text{固化后样品密度}} \times 100\%$$

混合物在混合时的密度通过已知的时间段和测量结果推断至零点得到。

对于高温发生反应的混合物,混合物的密度是通过各组分的密度计算得来。

样品固化调整状态后,在 23 ℃ 条件下的密度要在硅油中测得。

5 仪器

5.1 天平,精确到 1 mg,带有密度测量装置(尽可能选用反应灵敏的天平)。

5.2 铅锤,质量 25 g±5 g,尺寸大小应避免壁效应。应知道铅锤在固化温度和 23 ℃±0.1 ℃ 条件下的体积。

5.3 恒温硅油浴装置,应知道硅油在固化温度和 $23\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下的密度。

5.4 试管,长约 180 mm,直径 20 mm。

5.5 秒表。

5.6 干燥器。

6 操作步骤

6.1 测定固化温度高于室温的混合物密度

6.1.1 仪器准备

在混合物固化温度下测定铅锤体积 V_s ,精确到 10^{-3} mL 。在室温下空气中称量铅锤质量(记为 m_s)。在混合物固化温度下的硅油中称量带有吊线的铅锤质量(记为 m_{s+w})。

在室温下空气中称量吊线质量(记为 m_w)。

如果不明确硅油在混合物固化温度下的密度,可按 GB/T 15223—2008 在固化温度下进行测定。

6.1.2 不饱和聚酯树脂

按混合物比例称取各组分,不包括引发剂,要保证足够量的树脂完成如下测试及按照 6.3 中的要求制作试验样品。

注 1: 用于固化不饱和聚酯树脂的引发剂通常为过氧化物,不可以加热,以免爆炸(见生产商提供的安全数据表)。

由于引发剂的用量很少(1%~2%),所以混合物中的其他组分可以提供确定足够精确的密度。

混合称量过的各组分。

取出用于浇铸试验样品的混合物(见 6.3),将剩余的混合物加热至固化温度,达到温度后立即按下秒表(记为零点)。

将混合物迅速倒入试管。将预热至固化温度的铅锤放入混合物中。在一系列相同时间间隔后记录总质量(m_{s+w}),即铅锤和吊线的总质量。时间间隔及记录的次数视所检测的混合物而定。

6.2 测定在常温下固化的混合物密度

由于常温固化树脂的高放热特性,很难在常温反应时测定混合物的密度。按照 GB/T 15223—2008,在 $23\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下分别测量混合物中各组分的密度。

6.3 浇铸试样表观密度的测定

6.3.1 初步测量

如所用硅油在 $23\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下的密度未知,则按 GB/T 15223—2008 进行测定。

6.3.2 浇铸体样品的质量和表观质量的测量

将 $25\text{ g}\pm 5\text{ g}$ 混合物倒入试管。

混合物固化完全后,将装有浇铸试样的试管放入干燥器中冷却至室温。测试结果取决于固化条件,所以固化条件需相关组织协商确定。对于任何给定混合物,固化时间和固化温度即为固化条件。

在空气中称量试验样品质量(m_c)。

在 $23\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下硅油中测定其表观质量(m_{c+w}),然后在空气中称量吊线质量(m_w)。

尽快读取质量以避免湿度的影响。在硅油中测量样品质量时,需使试样与油浴达到热平衡后方能读数。

称量完毕后,用滤纸仔细地擦净附着在样品表面的硅油,用石油醚洗净,根据产品说明放置在固化

温度或者热处理温度下进行后固化 1 h(对于常温固化树脂,后固化温度采用 110 ℃)。

将试样放置在干燥器中冷却至室温。

再次在空气中测量试样质量(记为 m_c)。

再次在 23 ℃±0.1 ℃的硅油中测量试样表观质量(m_{c-w})。

如果后固化后的试样加上吊线在空气中的总质量与在硅油中的总表观质量的偏差 Δm ,与后固化前这两个质量的偏差之比小于 0.2%的话,就采用后固化后的表观质量进行密度计算。

如果 Δm 的比值大于 0.2%的话,清理试样并按上述操作重复后固化,直至 Δm 的比值小于 0.2%。采用最终后固化的样品表观质量进行密度计算。

7 计算结果

7.1 高于室温固化的混合物(见 6.1)

混合物在零点时的密度按式(1)计算:

$$\rho_0 = \frac{m_s + m_w - m_{s-w}}{V_s} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_0 ——混合物密度,单位为克每毫升(g/mL);

m_s ——铅锤在空气中的质量,单位为克(g);

m_w ——吊线在空气中的质量,单位为克(g);

m_{s-w} ——零点时铅锤和吊线在混合物中的表观质量,单位为克(g);

V_s ——铅锤的体积,单位为毫升(mL),通过式(2)计算:

$$V_s = \frac{m_s + m_w - m'_{s-w}}{\rho'_{Si}} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m'_{s-w} ——混合物固化温度下铅锤和吊线在硅油中的表观质量,单位为克(g);

ρ'_{Si} ——混合物固化温度下硅油的密度,单位为克每毫升(g/mL);

m_s 和 m_w 同上述定义。

7.2 室温条件下固化的混合物(见 6.2)

零点时混合物的密度 ρ_0 ,单位为克每毫升(g/mL),由式(3)计算:

$$\rho_0 = \frac{(m_A + m_B) \times \rho_A \times \rho_B}{m_A \times \rho_B + m_B \times \rho_A} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_A ——用于浇铸样品的组分 A 的质量,单位为克(g);

m_B ——用于浇铸样品的组分 B 的质量,单位为克(g);

ρ_A ——用于浇铸样品的组分 A 的密度,单位为克(g);

ρ_B ——用于浇铸样品的组分 B 的密度,单位为克(g)。

7.3 浇铸样品的表观密度(见 6.3)

试验样品在 23 ℃±0.1 ℃下的表观密度 ρ_c ,由式(4)计算:

$$\rho_c = \frac{m_c \times \rho_{Si}}{m_c + m_w - m_{c+w}} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_c ——样品在空气中的质量,单位为克(g);

m_w ——吊线在空气中的质量,单位为克(g);

m_{c+w} ——样品和吊线在硅油中的表观质量,单位为克(g);

ρ_{Si} ——硅油在 $23\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度条件下的密度,单位为克每毫升 (g/mL)。

7.4 总体积收缩率

总体积收缩率由式(5)计算:

$$\frac{(\rho_c - \rho_0)}{\rho_c} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中 ρ_c 和 ρ_0 由上述计算而得。

8 精密度

由于尚未得到实验室间试验数据,故未知本试验方法的精密度。如果得到上述数据,则在下次修订时加上精密度说明。

9 试验报告

试验报告应包含以下内容:

- a) 注明采用本部分;
- b) 所测试样所有信息;
- c) 总体积收缩率,以百分比表示;
- d) 测试过程中与本部分规定的任何偏差,以及试验中观察到的任何非正常现象。



GB/T 24148.9-2014

版权专有 侵权必究

*

书号:155066 · 1-49976

定价: 14.00 元