

前 言

本标准等效采用日本工业标准 JIS K6828:1996《合成树脂乳液试验方法》。

1. 本标准的名称由《聚乙酸乙烯酯乳液试验方法》变更为《合成树脂乳液试验方法》，适用范围包括了聚乙酸乙烯酯乳液、聚丙烯酸酯乳液和乙酸乙烯酯-乙烯共聚乳液等合成树脂乳液。

2. 本标准增加了“机械稳定性”和“粗粒子”二项试验方法，删去了“灰分”和“薄膜耐水性质”二项试验方法。

本标准附录 A 是提示性附录。

本标准从生效之日起，同时代替 GB/T 11175—1989。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国胶粘剂标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：北京有机化工厂、上海长城精细化工厂、上海石化粘合剂厂、江苏黑松林粘合剂厂。

本标准主要起草人：杨学栋、高艳想、刘鹏凯、钱翠英、秦永铭。

本标准于 1989 年首次发布，2002 年第一次修订。

本标准委托全国胶粘剂标准化技术委员会负责解释。

合成树脂乳液试验方法

代替 GB/T 11175—1989

Testing methods for synthetic resin emulsions

1 范围

本标准规定了合成树脂乳液的试验方法。

本标准适用于聚乙酸乙烯酯乳液、聚丙烯酸酯乳液和乙酸乙烯酯-乙烯共聚乳液等合成树脂乳液的试验方法。

注：合成树脂乳液，是指各种单体经乳液聚合而生成的制成品。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 2918—1998 塑料试样状态调节和试样的标准环境

GB/T 8170—1987 数值修约规则

GB/T 8325—1987 聚合物和共聚物水分散体 pH 值测定方法

3 试验项目

本标准中规定的试验项目如下：

- 3.1 外观
- 3.2 不挥发物
- 3.3 pH 值
- 3.4 粘度
- 3.5 冻融稳定性
- 3.6 贮存稳定性
- 3.7 稀释稳定性
- 3.8 机械稳定性
- 3.9 粒径
- 3.10 残存单体
- 3.11 最低成膜温度
- 3.12 粗粒子

4 试验的一般条件

4.1 试验室的温度和湿度

试验室的温度和湿度规定为 GB/T 2918 中的标准环境 2 级，温度为 $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ；湿度为 $50\% \pm 10\%$ 。将试验室温度和湿度记入试验结果。

4.2 试样的状态调节

按 GB/T 2918 中相关规定,试样使用前在使用条件下放置时间应不少于 4 h。

4.3 试验结果的数值整理

试验结果按 GB/T 8170 取至各试验项目所规定的有效数字。

4.4 试验的取样方法和处理方法

4.4.1 批的定义

同一次制造的或者是在同一条件下制造的产品,并且在同一场所混合生成的,可以认为具有相同质量的制品的集合。

4.4.2 试验所需的样品数

4.4.2.1 按批将样品编组,从每批中随机取样,将样品倒入小型容器内,使其分别代表所对应的批号。

4.4.2.2 当一个小容器容量小于试验所需量时,为使取样量达到试验所需量,可以增加每批取样个数,一组容器所取之样,作为该批的代表样。

4.4.2.3 对于罐类大型容器,可将一个容器的内装物作为一批来取样。

4.4.2.4 当粘合剂为多组分,在使用之前需混合时,它们分别以容器包装形成一组容器,则一组容器作为一个容器处理。

4.4.3 取样量

按 4.4.2 中规定的步骤在代表的容器中进行充分搅拌后,用合适的取样器按相同体积取出样品,并将其混合。对于混合样品量,如试验对所需的样品量有技术要求时,则按相关规定执行,若无技术要求时,样品量则不应少于 1.0 L。在取样有困难,或者试验项目对此项忽略时,混合样品量可按交货时有关双方之间的协议来规定。

4.4.4 样品处理

将按 4.4.3 混合过的样品倒入为试验准备的合适容器内。

5 试验方法

5.1 外观

用玻璃棒将试样均匀地、薄薄地涂敷于干净的玻璃板上,随即目测检查有无粗粒子和异物。

5.2 不挥发物

5.2.1 仪器和设备

5.2.1.1 容器:直径约 50 mm 的铝箔皿。

5.2.1.2 电烘箱:能恒温 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的电热鼓风干燥箱。

5.2.1.3 玻璃干燥器:用变色硅胶作干燥剂。

5.2.1.4 分析天平:称量范围 100 g 以上,分度值为 1 mg。

5.2.2 试验步骤

5.2.2.1 用容器称取约 1 g 试样,准确至 0.001 g,并使之流平,对于高粘度样品,最好用水或溶剂进行稀释。将其置于恒温 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的电烘箱中部,经干燥 $60 \text{ min} \pm 5 \text{ min}$ 后取出,放入干燥器内冷却至室温后称量。

5.2.2.2 对同一试样进行平行试验。

5.2.3 分析结果的表述

不挥发物的质量分数按(1)式计算,求出两次平行测定的平均值,保留三位有效数字。

$$N = \frac{W_d}{W_s} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: N ——不挥发物的质量分数, %;

W_d ——干燥后试样质量, g;

W_s ——干燥前试样质量, g。

5.3 pH 值

按 GB/T 8325 的规定进行。

5.4 粘度

5.4.1 仪器和设备

5.4.1.1 粘度计:旋转式粘度计。

5.4.1.2 恒温水槽:能保持温度 $23^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$,水槽深度保证传热介质的液面高于试样液面。

5.4.1.3 试样容器:500 mL 烧杯,或与此形状相同的容器。

5.4.1.4 温度计:分度值为 0.1°C 的温度计。

5.4.1.5 秒表:精度为 0.2 s 。

5.4.2 试验步骤

5.4.2.1 用容器取约 500 mL 试样,注意勿混入气泡,将容器置于恒温水槽中,使试样液面低于水面。用玻璃棒加以搅拌,使试样各部分的温度达到试验要求的温度($23^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$)。

5.4.2.2 安装防护装置和转子,按照转速和转子的组合,选择转子使测定粘度时指针正好能指在指示刻度盘 20%~100% 范围内。旋转升降手柄,使粘度计平缓地下降,勿使转子粘上气泡,并使液面达到转子液位标线。

5.4.2.3 用水平调节螺丝将粘度计调节至水平位置后,确认转子置于试样容器的中心位置,设定粘度计变速调节器的转速。

注:转速设定为 10 r/min 或 20 r/min。

5.4.2.4 确认试样温度达到 $23^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 时,接通电源开关,转子开始旋转。

5.4.2.5 松开夹持杆对指针的夹持,待刻度盘上指针的指示稳定后,或者从旋转开始至规定时间读数后,精确至最小刻度的 $1/4$ 。

注 1:从旋转开始至规定时间中指示值不稳定,在刻度盘上徐徐变化时,通常是试样具有触变性,记录这类试样的测定值时,应同时记入指示值的读取时间(用秒表测定从旋转开始至读数时间)。

注 2:在旋转中难于读取指示值时,可采用按下夹持杆将指针停住,关闭电源开关来读取指示值。

5.4.2.6 使用新试样,按 5.4.2.1 至 5.4.2.5 的各项操作,进行两次以上重复试验。

5.4.3 分析结果的表述

按(2)式计算粘度,保留 2 位有效数字;并记录粘度计型号、转子编号、转速及测定温度。

$$\eta = K_n \bar{\theta} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: η ——粘度, $\text{mPa} \cdot \text{s}$;

K_n ——粘度计附加的换算系数;

$\bar{\theta}$ ——两次测定中粘度指示值的算术平均值。

5.5 冻融稳定性

将试样在 -10°C 下冻结后,在室温($23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$)下静置,观察试样状态。如果没有凝固物,则重复进行冻结-融化循环,直至出现凝固物,最多重复 5 个循环。

用试样耐冻结-融化循环的次数表示冻融稳定性。

注 1:本试验只单纯判定试样的状态,不对其基本物理性能和应用性能进行评价。

注 2:本试验方法规定试样冻结温度为 -10°C ,也可适用于低于 -10°C 冻结的情况。

注 3:本试验方法不适用于在试验条件下不发生冻结的试样。

5.5.1 仪器和设备

5.5.1.1 低温箱:温度可控制在 $-10^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$,冷冻室容积应比试样容器有较大空间。采用 -10°C 以下的冻结温度时,应使用能保持该冻结温度 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 的低温箱。

5.5.1.2 试样容器:高 70 mm,内径 40 mm,壁厚 2 mm 的带盖高密度聚乙烯制塑料瓶。

5.5.1.3 天平:称量范围 100 g 以上,分度值为 0.5 g。

5.5.2 试验步骤

5.5.2.1 用试样容器称取约50 g试样,注意不要混入气泡,盖好盖子。

5.5.2.2 预先将低温箱内温度保持在 $-10^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$,将试样在此温度($-10^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$)下冻结16 h。

对于采用供需双方商定的低于 -10°C 的冻结温度,则将试样在此温度($-10^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$)下冻结16 h。

5.5.2.3 从低温箱取出试样容器,在室温($23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$)下放置8 h。

5.5.2.4 将试样容器的盖子打开,用玻璃棒搅拌,观察容器内试样的状态。

5.5.2.5 如能确认试样中有凝固物存在,则结束试验。

如果不能确认试样中有凝固物,则将容器盖子盖上,重复5.5.2.2~5.5.2.3项操作,至能确认试样中有凝固物存在为止。对于重复5.5.2.2~5.5.2.3项操作已达5次,仍不能确认试样中有凝固物存在时,即可结束试验。

注:试样冻结后,在试验条件下融解时,试样完全变成块状或凝胶状物,或出现原样中没有的块状物或粒状物。

5.5.2.6 试验结果的表述

试样的冻融稳定性以确认试样中没有出现凝固物所进行的冻结融化循环次数表示。根据本试验规定,最大稳定性是5。在 -10°C 以下冻结时,应记录下相应的冻结温度。

注:冻融稳定性的数值按0、1、2、3、4和5表示。

5.6 贮存稳定性

5.6.1 仪器设备

5.6.1.1 恒温箱:能保持温度在 $50^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 范围。

5.6.1.2 容器:容量100 mL~300 mL带盖容器。

5.6.1.3 温度计:分度值为 1°C 的 100°C 温度计。

5.6.2 试验步骤

将试样大体装满容器,盖严,放入 $50^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的恒温箱内放置20 h后,在室温下冷却3 h,并用目视法观察有无分层,是否产生粗粒子,考察涂布性能。

注:根据供需双方之间协定,可变更恒温箱的温度和放置时间,此时,应将恒温箱的温度和放置时间记录在试验结果中。

5.7 稀释稳定性

5.7.1 容器

100 mL量筒。

5.7.2 试验步骤

用蒸馏水将试样稀释至不挥发物的质量分数为 $3\% \pm 0.5\%$,用量筒量取100 mL该稀释液,用铝箔盖上后静置72 h,测定其上层澄清液容积和底部沉降物的容积。

5.7.3 试验结果计算

稀释稳定性由(3)式、(4)式计算出的上层澄清液容积比和底部沉降物的容积比表示,计算结果取整数位。

$$U = \frac{A}{100} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

$$P = \frac{B}{100} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:U——上层清液容积比,%;

P——沉降部分容积比,%;

A——上层清液容积,mL;

B——沉降部分容积,mL。

5.8 机械稳定性

5.8.1 仪器设备

5.8.1.1 测定装置:如图1所示,装置由带不锈钢制圆板,转速为 (1000 ± 20) r/min 的垂直旋转轴和不锈钢制试样容器,以及量程在 $0 \sim 100$ kg,最小刻度为 500 g 的台秤组成。

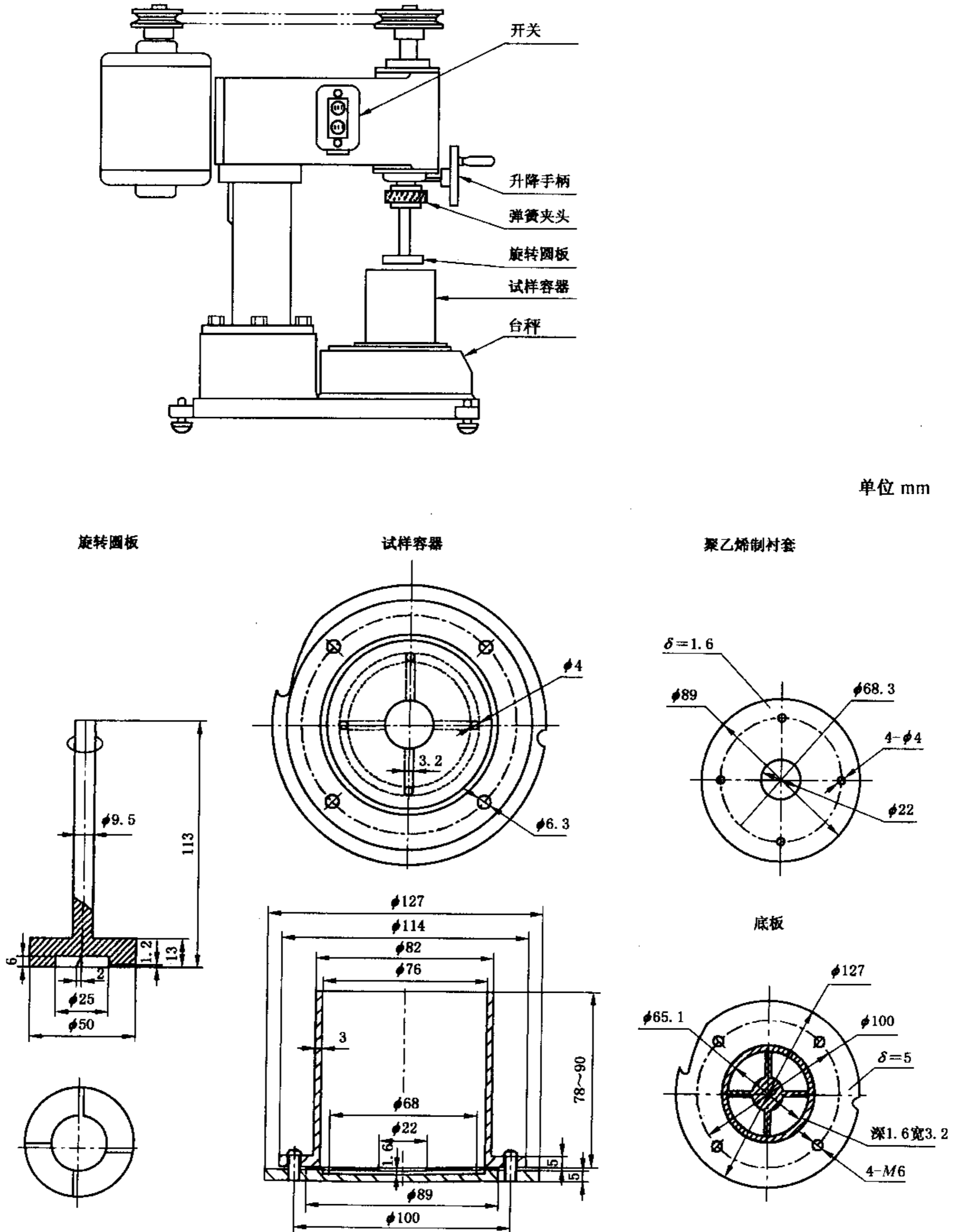


图1 机械稳定性测定装置的实例

注:本装置是将旋转圆板降下至试样容器底部安装的聚乙烯制衬垫的面上*,按台秤刻度调至所定的基线**,按一定的转速测定试样此时生成的凝固物。旋转圆板的下面和试样容器底板的上面设置有试样循环的沟槽。

* 衬垫用聚乙烯,密度为 0.921 g/cm^3 (23°C),熔体流动速率(MFR)为 0.25 g/10 min 。

* * 台秤上 5 kg、10 kg 或 15 kg 的任何刻度作为基线。

5.8.1.2 温度计:分度值为 1℃ 的 200℃ 温度计。

5.8.1.3 金属网:孔径为 150 μm 或 180 μm 的平织不锈钢网。

5.8.1.4 恒温箱:能保持温度在 105℃ ± 2℃ 的热风循环式恒温箱。

5.8.1.5 玻璃干燥器:以变色硅胶作干燥剂。

5.8.1.6 天平:试样质量称量用天平,称量范围为 100 g 以上,分度值为 0.1 g;金属网质量称量用天平,称量范围为 50 g 以上,分度值为 0.1 mg。

5.8.1.7 记时钟。

5.8.2 仪器的调整

往试样容器内加入蒸馏水或去离子水至 2/3 高度处,放入台秤上的规定位置,正确安装旋转圆板后,将旋转圆板下调至聚乙烯制衬垫平面上,与台秤规定的基线符合后开始旋转,此时,在聚乙烯制衬垫和试样容器的底板上记下相吻合的标志。

使用新的聚乙烯制衬垫时,至少需要持续旋转 1 h,使旋转圆板与聚乙烯制衬垫磨合,此时聚乙烯制衬垫和试样容器的底板之间的位置应与所标标记相吻合。

5.8.3 试验步骤

5.8.3.1 先将试样用金属网过滤,正确称取过滤后的样品 50 g ± 0.5 g 加入试样容器,再将试样容器固定在试验装置上。正确地装上旋转圆板,用升降把手一边让旋转圆板旋转,一边平稳地将其下降至聚乙烯制衬垫表面上,并与台秤作为基线的任一刻度 5 kg、10 kg 或 15 kg 相重合。

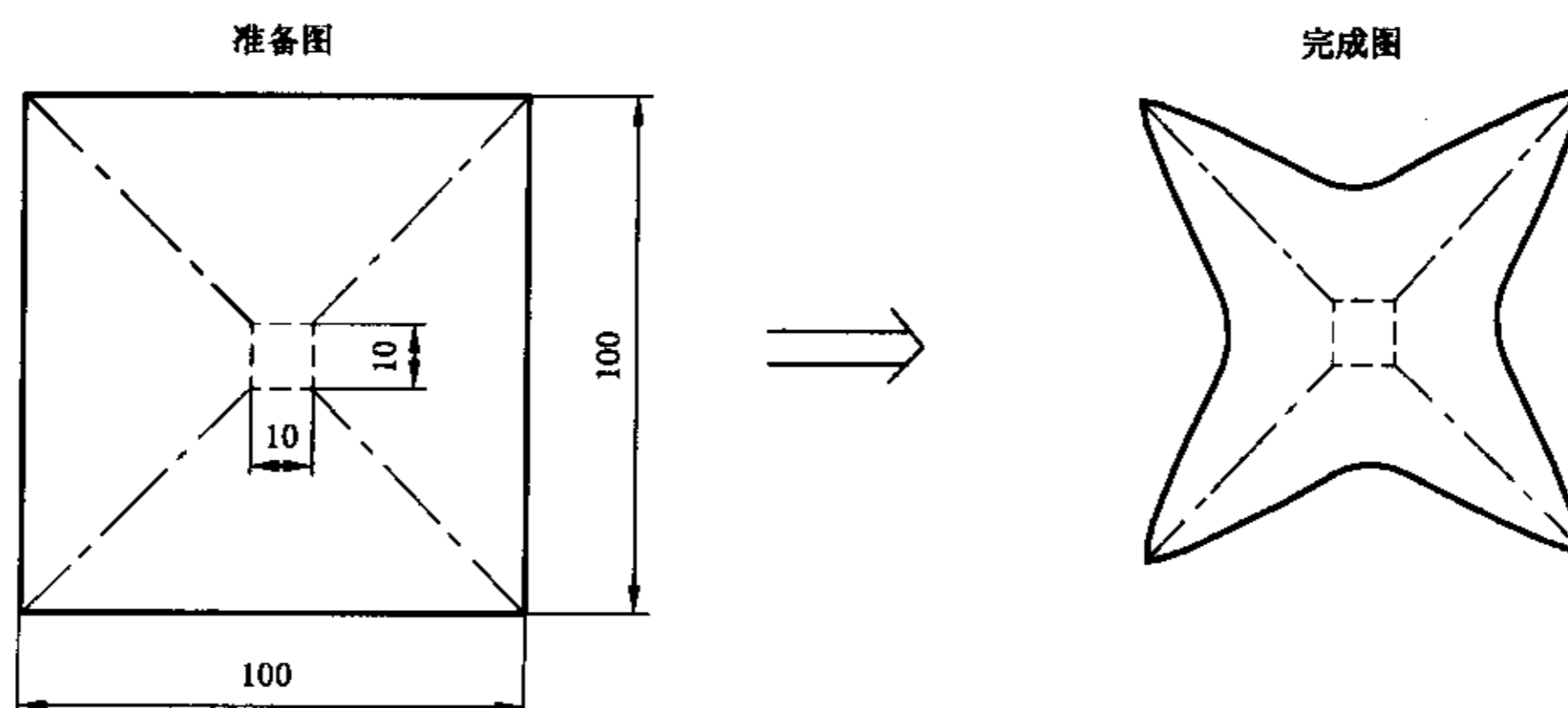
5.8.3.2 合上电机开关,旋转圆板开始旋转时,即为测定时间开始,同时注意观察台秤刻度是否振动,如果台秤的刻度偏离基线 0.5 kg 以上时,应进行基线调整。经过 5 min、10 min 或规定的时间之后就停止旋转,并测定试样温度。

5.8.3.3 用蒸馏水或脱离子水将附着在旋转圆板外的试样洗入试样容器内,此时,需将附着在旋转圆板上表面及侧面的干燥皮膜及凝固物除去,不要加入试样。最后,用蒸馏水或脱离子水将附着在温度计上的试样洗入试样容器内。

5.8.3.4 将预先称量过的金属网做成图 2 所示形状,用少量蒸馏水或脱离子水将其润湿,然后将试样转移金属网中央,按能保持试样表面不干燥的速度进行过滤,同时注意保持金属网的形状不使过滤部分的孔径改变。

注:金属网在 105℃ ± 2℃ 恒温箱内干燥约 30 min 后,置于干燥器内放冷,称重。

单位:mm



注:按对角线虚线方向弯曲,中心点线部位不用弯曲。

图 2 金属网的形状

5.8.3.5 将试样容器解体,洗涤衬垫和底板,将流出的凝聚物全部收集到金属网上。

5.8.3.6 过滤之后将金属网上的残渣用蒸馏水或脱离子水洗净至滤液透明。

5.8.3.7 将带有残渣的金属网置于 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 恒温箱中心部位干燥 $60 \text{ min} \pm 5 \text{ min}$ 后,于干燥器中放冷,称重。

5.8.3.8 将同一试样进行 3 次测定。

5.8.4 分析结果的表述

机械稳定性按式(5)算出所生成的凝固率(%)来表示,求出 3 次测定的平均值,有效数字保留至小数点后 3 位。

同时记录金属网的孔径,装置台秤的刻度,旋转时间,旋转停止时的温度。

$$CR = \frac{m_2 - m_1}{50} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中: CR ——凝固率, %;

m_2 ——过滤干燥后金属网的质量, g;

m_1 ——过滤前金属网的质量, g。

5.9 粒径

用光学显微镜观察,或者用浊度法测定粒径。

5.9.1 光学显微镜法

5.9.1.1 光学仪器

a) 显微镜:放大倍数不低于 1 000 倍;

b) 载物片: $7.5 \text{ cm} \times 2.5 \text{ cm}$;

c) 盖玻片: $2 \text{ cm} \times 2 \text{ cm}$ 。

5.9.1.2 试验步骤

用蒸馏水将试样稀释至不挥发物约为 1%,在载物片上滴加 1 滴,并紧密盖上盖玻片,在光学显微镜上观察粒子大小。

5.9.1.3 计算

测定粒子 50 个以上,算出粒径(μm)平均值,取 1 位有效数字,同时记录放大倍数。

注 1: 单个粒子集合体多时,应加以记录。

注 2: 光学显微镜不能观察的试样,使用电子显微镜,按其规定方法进行测定。

5.9.2 浊度法

5.9.2.1 仪器设备

a) 分光光度计;

b) 金属网:孔径为 $75 \mu\text{m}$ 的平织不锈钢金属网。

5.9.2.2 试剂

聚苯乙烯分散体:试剂级,平均粒径为 $0.1 \mu\text{m}$ 、 $0.5 \mu\text{m}$ 、 $1.0 \mu\text{m}$ 。

5.9.2.3 试验步骤

a) 将已知粒径的试剂用蒸馏水稀释至不挥发物质量分数为 0.1%,置于分光光度计的吸收池内,于波长 375 nm 处,调整吸收池内试样的不挥发物,使其吸光度保持在 0.50 ± 0.01 的范围。

b) 调整完成后,测定 550 nm 波长处的吸光度。

c) 以 550 nm 波长处的吸光度对相应的平均粒径在双对数坐标纸上作图,绘制工作曲线。

d) 将试样用金属网过滤后,用蒸馏水稀释至不挥发物质量分数约为 0.1%,置于分光光度计的吸收池内,于波长 375 nm 处,调整吸收池内试样的不挥发物,使其吸光度保持在 0.50 ± 0.01 的范围。

e) 调整完成后,测定 550 nm 波长处的吸光度。

5.9.2.4 计算

从工作曲线上计算出与此 550 nm 波长处吸光度所对应的粒径,保留 1 位有效数字。

5.10 残存单体

残存单体用直接滴定法或气相色谱法进行测定,计算出的数值换算为试样中的单体含量。

注:直接滴定法适用于聚乙酸乙烯酯乳液。

5.10.1 直接滴定法

5.10.1.1 仪器

- a) 三角烧瓶:200 mL;
- b) 带活塞滴定管:25 mL;
- c) 天平:称量范围 100 g 以上,分度值为 0.1 g;
- d) 容量瓶:100 mL,1 000 mL;
- e) 带刻度移液管:5 mL;
- f) 单标移液管:10 mL,20 mL,25 mL。

5.10.1.2 试剂

- a) 15%碘化钾溶液:称取 15 g 碘化钾(分析纯),溶于水中,稀释至 100 mL;
- b) 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液;
- c) 淀粉指示剂:10 g/L;
- d) 溴-溴化钾水溶液:称取 60 g 溴化钾(分析纯),溴(分析纯)3.3 mL,溶于 100 mL 蒸馏水中,再稀释至 1 000 mL。

在此 20 mL 溶液中,加入 10 mL 15%的碘化钾水溶液,然后往游离出的碘里加入淀粉指示剂,用带活塞滴定管以 0.1 mol/L 硫代硫酸钠溶液进行滴定,按(6)式计算出溴-溴化钾水溶液的换算因子:

$$f = B \times 0.005 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中: f ——溴-溴化钾水溶液的换算因子;

B ——滴定消耗的 0.1 mol/L 硫代硫酸钠溶液的体积,mL。

5.10.1.3 试验步骤

称取约 10.0 g 试样于 200 mL 三角瓶内,加 25 mL 蒸馏水稀释试样,以溴-溴化钾水溶液滴定,直至呈微黄色且颜色保持 15 s 不消失,记下消耗溶液的体积。

5.10.1.4 分析结果的表述

按(7)式计算残存单体的质量分数,修约至 2 位有效数字:

$$C_v = \frac{A \times f \times 0.043}{S} \times 100 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中: C_v ——残存单体的质量分数,%;

A ——滴定消耗的溴-溴化钾水溶液的体积,mL;

f ——溴-溴化钾水溶液的换算因子;

0.043——与 1 mL 溴-溴化钾水溶液($f=1.000$)相当的乙酸乙烯酯的质量,g/mL;

S ——试样的质量,g。

5.10.2 气相色谱法

用气相色谱法,以内标法测定试样中的单体质量。

5.10.2.1 仪器

- a) 微量注射器:10 μ L、100 μ L;
- b) 容量瓶:100 mL、1 000 mL;
- c) 带塞三角烧瓶:100 mL;
- d) 天平:称量范围为 50 g 以上,分度值为 0.1 mg;
- e) 气相色谱仪
 - 1) 检测器:氢火焰离子化检测器;

2) 色谱柱:填充柱或毛细管柱。

5.10.2.2 试剂

a) 单体:纯度(质量分数)大于 99%;

b) 工作曲线制作用溶剂:纯度 99%(质量分数)以上的 N,N-二甲基甲酰胺,二甲基亚砷以及四氢呋喃等。

注:使用其他溶剂时,应加以记录。

c) 内标物:应选用能溶于水但在试样中不含有的物质,并且在所选定的色谱柱的分析条件下,其色谱峰不会与单体的色谱峰相重叠。

5.10.2.3 分析条件:分析条件应根据不同的仪器,设定出最佳分析条件。

另外,对仪器的检测下限的要求是单体的质量分数在 0.01%以上时,应能正确检测出来。

5.10.2.4 操作步骤

a) 称取 500 mg 内标物,精确至 0.1 mg,将其置于 1 000 mL 容量瓶中,用去离子水稀释至刻度上限。

b) 在 100 mL 带塞三角烧瓶内称 10 g 试样,准确至 0.01 g,然后加入 a) 中的溶液 10 g,用聚四氟乙烯树脂搅拌棒加以混合,然后再加入 a) 中的溶液 40 g,同样进行混合 1 min 之后,用电磁搅拌器混合 3 min~5 min。

c) 用 10 μ L 微量注射器取 1 μ L 上述溶液,注入气相色谱仪,得到试样的色谱图。

5.10.2.5 工作曲线按如下步骤制作出内标法工作曲线:

a) 预先在 100 mL 容量瓶内加入 70 mL~80 mL 溶剂,用 100 μ L 微量注射器取约 50 μ L 内标物溶液注入 100 mL 容量瓶内,并对取样前后的微量注射器进行称量,准确至 0.1 mg,二次称量间的质量之差即为内标物的取样量。

b) 以同样的取样方式,用 100 μ L 微量注射器对单体进行取样,加入 a) 中,用溶液稀释至刻度,并充分混匀,按此方法制出不同浓度范围的标准溶液。

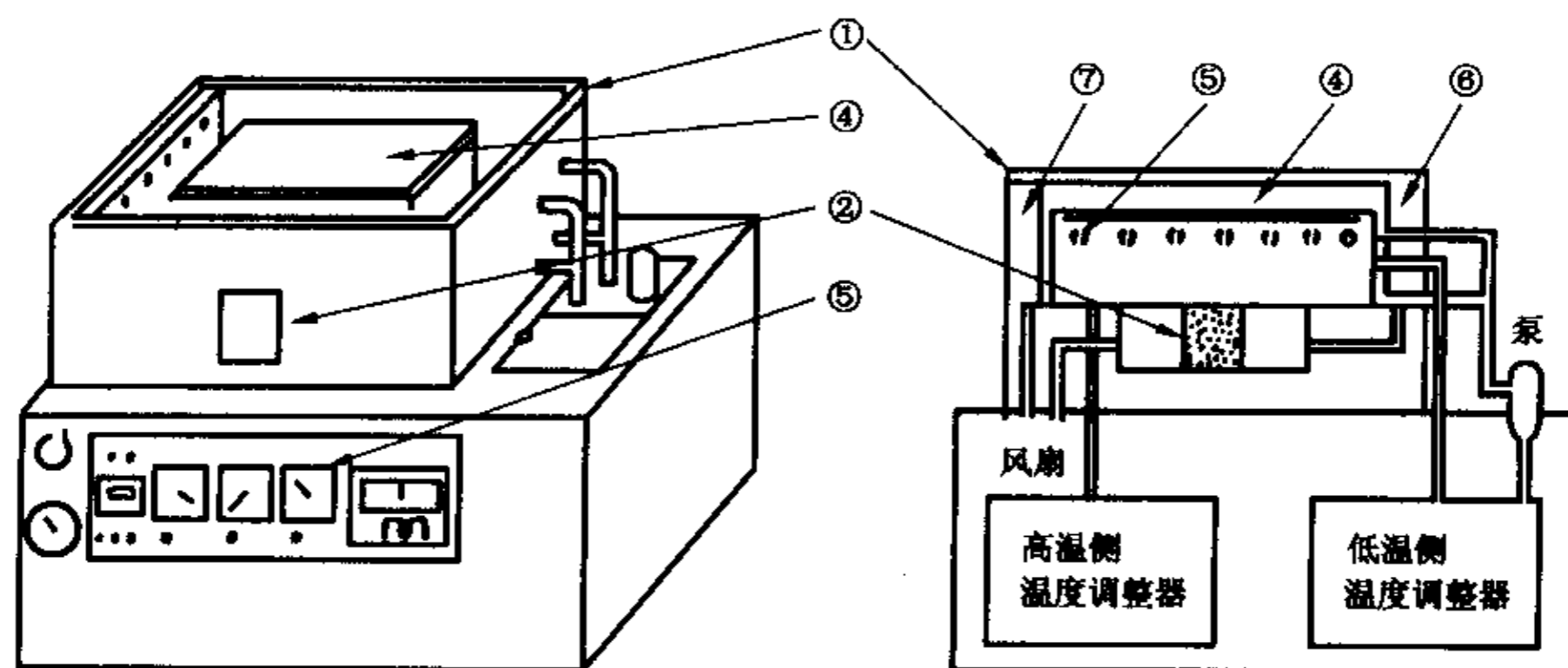
c) 测定此溶液按 5.10.2.4 中 c) 条规定的色谱条件所记录下来的色谱峰峰面积,以单体和内标物峰面积的比值对单体浓度作图,绘出工作曲线。

5.10.2.6 计算 按积分仪数据处理方法,测量峰面积,用内标法算出单体的质量分数(%),保留 2 位有效数字。

5.11 最低成膜温度

5.11.1 仪器设备

5.11.1.1 最低成膜温度测定仪 使用温度梯度热板型最低成膜温度测定仪,热板一端的高温和另一端的低温可用测定器进行调整,图 3 为此类测定器的实例。



a) 空气循环式

①—透明罩;②—干燥剂;③—干燥剂盘;④—加热板;⑤—温度计;⑥—空气入口;⑦—空气出口

图 3 最低成膜温度测定仪示意图

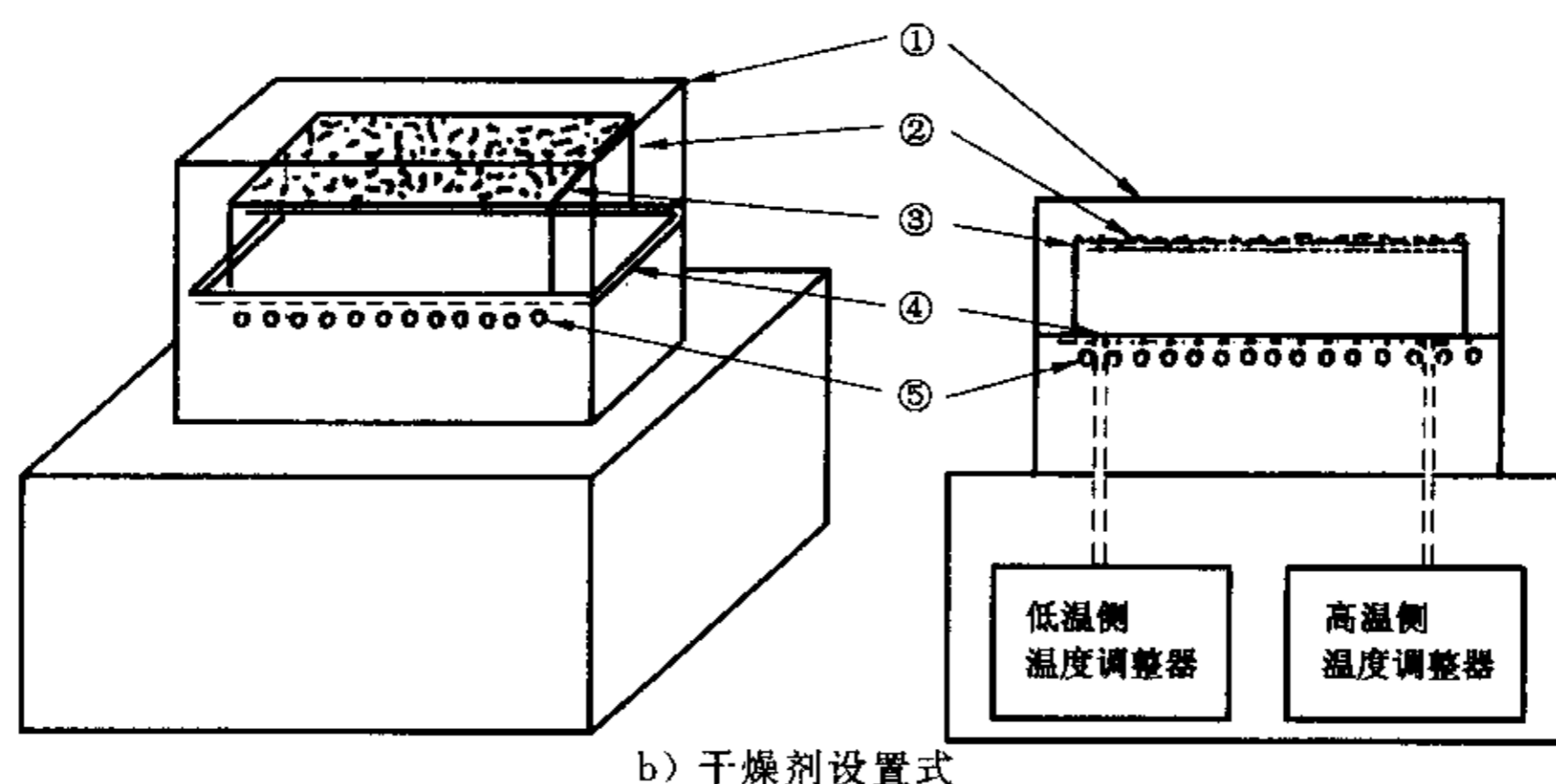


图 3 (完)

5.11.1.2 涂膜器:能将试样涂布出厚度在 0.3 mm 以下,宽度 15 mm 以上的涂布器。

5.11.1.3 温度计:分度值为 1℃ 的直角(90°)闭口杯闪电测定用温度计或同等精度温度计。

5.11.2 操作步骤

5.11.2.1 选择与待测试样合适的温度范围,对高温侧及低温侧的温度进行设定,此时,最低成膜温度应能在热板的中央部位来进行测定,并且最低和最高温度差应设定在 20℃~40℃ 范围。

5.11.2.2 当热板温度达到热平衡之后,用涂膜器将试样从高温侧向低温侧快速涂布。

5.11.2.3 使用带空气循环测定器的场合,利用透明罩使空气循环。设置干燥剂的测定器,则在规定的金属网上放置硅胶类干燥剂,再加上透明罩,为保护热板的表面,最好使用铺上铝箔或聚乙烯膜的办法,此外,应注意热板表面不能留有空气层。

5.11.2.4 按照图 4 所示的读取方法,记下形成无裂纹、连续、均一薄膜的最低温度。

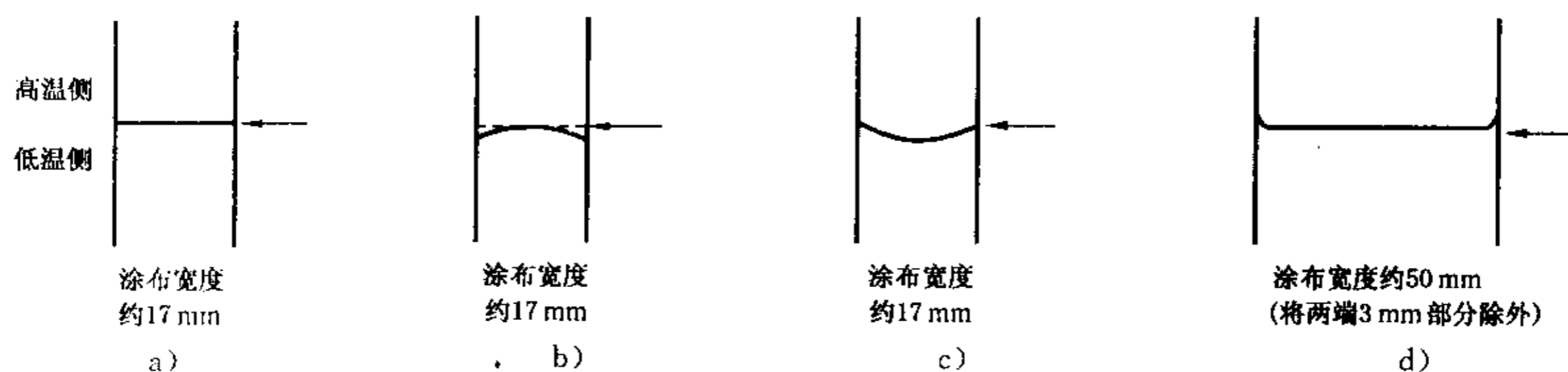


图 4 最低成膜温度的读取方法

5.12 粗粒子

5.12.1 仪器设备

5.12.1.1 金属网:孔径为 75 μm~180 μm(200 目~80 目)的平织不锈钢金属网。

注:当使用 75 μm~180 μm 以外的金属网,或者是使用不锈钢以外的材质的网时,应按供需双方当事者之间的协定,对试验结果加以记录。

5.12.1.2 干燥箱:能保持 105℃±2℃ 的热风循环式干燥箱;

5.12.1.3 干燥器:以硅胶为干燥剂;

5.12.1.4 天平:试样质量测定用称量范围 100 g 以上,分度值为 0.1 g;金属网质量测定用称量范围 50 g 以上,分度值为 0.1 mg。

5.12.2 操作步骤

5.12.2.1 将金属网在 105℃±2℃ 的干燥箱内干燥约 30 min 后,在干燥器内冷却至室温,然后称重。

5.12.2.2 称取约 100 g 试样,用蒸馏水或去离子水将其稀释 4 倍。

5.12.2.3 将金属网做成图 2 所示形状,用少量蒸馏水或去离子水将其润湿,然后把试样倒入金属网中央,用使试样表面不会干燥的速度进行过滤,并注意金属网的形状,使其过滤部分的孔径不发生变化。

5.12.2.4 过滤后,用蒸馏水或去离子水将金属网上的残渣洗涤至滤液透明。

5.12.2.5 将过滤用的金属网放入干燥箱的中心部位,在 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 条件下干燥约 $60 \text{ min} \pm 5 \text{ min}$ 后,在干燥器内放至室温,然后称重。

5.12.3 分析结果表述

按(8)式算出粗粒子的质量分数,修约至整数位,并记录金属网的孔径。

$$R = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中: R ——粗粒子的质量分数,mg/100 g;

m_2 ——过滤干燥后的金属网质量,mg;

m_1 ——过滤前的金属网质量,mg;

m_0 ——试样的质量,g。

6 报告

报告应记录如下内容:

- a) 试样的种类;
- b) 试样状态调节的温度、湿度及时间;
- c) 试验室的温度及湿度;
- d) 试验项目及试验条件;
- e) 试验结果;
- f) 试验日期:年、月、日;
- g) 其他需要记录的事项。