

B 60

LY

中华人民共和国林业行业标准

LY/T 1601—2002

水基聚合物-异氰酸酯木材胶粘剂

Water based polymer-isocyanate adhesives for wood



2002-10-12 发布

2002-12-01 实施

国家林业局 发布

415

前 言

水基聚合物-异氰酸酯木材胶粘剂目前无国家标准和行业标准,根据国外相关产品的质量指标和市场的需特制定本标准。

本标准参考日本工业标准 JIS K 6806—1995《水基聚合物-异氰酸酯木材胶粘剂》制定。

本标准由中国林业科学研究院林产化学工业研究所提出并归口。

本标准由中国林业科学研究院林产化学工业研究所负责起草。

本标准主要起草人:冉全印、叶素、叶伯蕙。

水基聚合物-异氰酸酯木材胶粘剂

1 范围

本标准规定了水基聚合物-异氰酸酯木材胶粘剂的技术要求、试验方法、检验规则及包装、标志、运输和贮存的要求。

本标准适用于木材用水基聚合物-异氰酸酯胶粘剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 2793—1995 胶粘剂不挥发物含量的测定

GB/T 2794—1995 胶粘剂粘度的测定

GB/T 6680—1986 液体化工产品采样通则

GB/T 7123—1986 胶粘剂适用期的测定方法

GB/T 14518—1993 胶粘剂的 pH 值测定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

水基聚合物-异氰酸酯木材胶粘剂

由主剂(A组分)和交联剂(B组分)组成的双组分型胶粘剂,主剂以聚合物的水溶液、水乳液、水分散体或其混合物为主成分,交联剂以异氰酸酯系化合物为主成分。

3.2

分类

水基聚合物-异氰酸酯木材胶粘剂分类见表1。

表1 分类

类 型	用 途	
I 型(常温固化型)	I 类	主要用于室内结构集成材、承重板等
	II 类	主要用于室内非结构集成材、家具和一般木工制品
II 型(加热固化型)	I 类	主要用于室内结构胶合板等
	II 类	主要用于室内装饰板、普通胶合板等

4 要求

水基聚合物-异氰酸酯木材胶粘剂应符合表2和表3的规定。

表 2 物化性能指标

项 目	物化性能指标	
	主 剂	交 联 剂
外观	无异物	均质液体
不挥发物/(%)	≥30.0	—
粘度/(Pa·s)	≥0.1	0.01~3.5
pH 值	3.5~8.5	—
水混合性/倍	≥2	—
贮存稳定性/h	≥15	—
异氰酸酯基质量分数/(%)	—	≥10

表 3 胶接性能指标

项 目		胶接性能指标			
		I 型		II 型	
		I 类	II 类	I 类	II 类
压缩剪切强度/MPa	常态	≥9.8	≥9.8	—	—
	热水浸渍	—	≥5.9	—	—
	反复煮沸	≥5.9	—	—	—
拉伸剪切强度/MPa	常态	—	—	≥1.2	≥1.2
	热水浸渍	—	—	—	≥1.0
	反复煮沸	—	—	≥1.0	—
适用期/min		≥10		≥60	

5 试验方法

5.1 外观的测定

外观通过目视观察进行判断。

5.1.1 仪器

- 5.1.1.1 玻璃板:表面平滑、洁净、干燥。
 5.1.1.2 玻璃棒:直径 8 mm 左右,粗细均匀,长度 200 mm 左右。
 5.1.1.3 试管:外径 18 mm,长 150 mm。

5.1.2 试验步骤

5.1.2.1 主剂外观的测定

用玻璃棒将主剂试样均匀地、薄薄地涂于玻璃板上,随即目测检查有无粗粒子和异物。

5.1.2.2 交联剂外观的测定

将交联剂试样 20 mL 倒入干燥洁净的试管中,静置 5 min 后,在自然散射光或日光灯下目视观察是否为均质液状物。

5.2 不挥发物的测定

按 GB/T 2793 的规定进行。试验温度为(105±1.5)℃,试验时间(180±5) min,样品量 1.0 g~1.5 g。

5.3 粘度的测定

按 GB/T 2794 中旋转粘度计法的规定进行。〔采用 NDJ-1 旋转粘度计或同等效果的仪器测定, 试验温度(25±0.5)℃。〕

5.4 pH 值的测定

按 GB/T 14518 的规定进行。

5.5 水混合性的测定

5.5.1 仪器

5.5.1.1 天平: 感量 0.1 g, 称量范围 0 g~100 g。

5.5.1.2 锥形瓶: 200 mL。

5.5.1.3 滴定管: 50 mL。

5.5.1.4 温度计: 0℃~100℃, 分度值 0.2℃。

5.5.1.5 恒温水槽: 能保持温度在(25±1)℃范围。

5.5.2 试验步骤

称取 5 g(精确至 0.1 g) 试样于锥形瓶中, 插入温度计, 将锥形瓶置于(25±1)℃的恒温水槽中, 使试样温度保持在(25±1)℃。

通过滴定管向瓶中慢慢加入预先恒温到(25±1)℃的蒸馏水, 摇动使水和试样充分混合, 再加水, 摇动, 直至混合液中出现不溶物或瓶内壁上附着有不溶物时, 读取加入的水量。

5.5.3 计算

水混合性按式(1)计算:

$$L = \frac{W}{S} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

L ——水混合倍数;

S ——试样的质量, 以克为单位(g);

W ——加入的水量, 以毫升为单位(mL)。

试验结果以两次试验的算术平均值表示, 取整数。本测定进行至 20 倍, 超过此限以大于 20 倍表示。

5.6 贮存稳定性的测定

5.6.1 仪器

5.6.1.1 恒温水槽: 能保持温度在(60±2)℃范围。

5.6.1.2 试管: 外径 18 mm, 长 150 mm。

5.6.1.3 天平: 感量 0.1 g, 称量范围 0 g~100 g。

5.6.1.4 温度计: 量程 0℃~100℃, 分度值 0.2℃。

5.6.2 试验步骤

称取 10 g(精确至 0.1 g) 主剂试样于试管中, 轻轻地盖上软木塞或橡皮塞, 将试管置于(60±2)℃的恒温水槽中, 试样的液面应在水槽液面下约 20 mm 处, 记下开始时间。约 10 min 后, 盖紧塞子, 每小时取出试管倾斜观察一次试样的流动性, 至试样凝胶化或发生分层或变为不流动状态为终点, 记录终点时间。终点时间与开始时间之差为在规定条件下胶粘剂能够保持适用状态的最长存放时间, 即贮存稳定性的极限值, 以小时为单位表示。

5.7 异氰酸酯基质量分数的测定

5.7.1 原理

异氰酸酯基与二正丁胺定量反应生成脲, 过量的二正丁胺用盐酸标准溶液进行滴定, 测定异氰酸酯基的质量分数。其反应原理如下:

异氰酸酯基与二正丁胺反应:



盐酸与二正丁胺反应:



5.7.2 仪器

- 5.7.2.1 天平:感量 0.1 mg,称量范围 0 g~200 g。
 5.7.2.2 量筒:200 mL。
 5.7.2.3 容量瓶:1 000 mL。
 5.7.2.4 移液管:25 mL。
 5.7.2.5 滴定管:50 mL。
 5.7.2.6 碘量瓶:500 mL。
 5.7.2.7 带刻度移液管:1 mL。

5.7.3 试剂

- 5.7.3.1 甲苯(AR):经 4A 分子筛脱水。
 5.7.3.2 异丙醇(AR)。
 5.7.3.3 二正丁胺甲苯溶液: $c[NH(C_4H_9)_2]=1 \text{ mol/L}$,在 1 000 mL 容量瓶中称取 130 g 二正丁胺,用经 4A 分子筛脱水的甲苯溶解并稀释至刻度。
 5.7.3.4 盐酸标准溶液: $c(HCl)=0.5 \text{ mol/L}$ 。
 5.7.3.5 0.1%溴甲酚绿指示剂:0.1 g 溴甲酚绿与 1.5 mL 浓度为 0.1 mol/L 的氢氧化钠溶液混合,溶于 100 mL 异丙醇中。

5.7.4 试验步骤

称取 1.5 g~2 g 试样(精确至 0.000 2 g)于 500 mL 干燥的碘量瓶中,用移液管准确加入 25 mL 二正丁胺甲苯溶液,盖上瓶塞,摇动使试样完全溶解,然后继续摇动 15 min。加入 150 mL 异丙醇和 0.8 mL 溴甲酚绿指示剂,摇匀,以 0.5 mol/L 盐酸标准溶液滴定。当样品溶液蓝色或蓝紫色消失,出现黄色并保持 15 s 不变,即为终点。同样作空白试验。

5.7.5 计算

异氰酸酯基质量分数 NCO 按式(2)计算:

$$NCO = \frac{c \times (V_0 - V) \times 0.042 02}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

NCO ——异氰酸酯基质量分数, %;

c ——盐酸标准溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_0 ——空白滴定消耗盐酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V ——试样滴定消耗盐酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

0.042 02——与 1.00 mL 盐酸标准溶液 [$c(HCl)=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的异氰酸酯基的质量;

m ——试样质量,单位为克(g)。

结果以两个平行试验测定值的算术平均值表示。两个平行试验测定值的绝对误差不大于 0.5%。

5.8 胶接强度的测定

5.8.1 压缩剪切强度的测定

I 型 I 类胶粘剂进行常态和反复煮沸试验。

I 型 II 类胶粘剂进行常态和热水浸渍试验。

5.8.1.1 仪器与设备

- a) 天平:感量 0.1 g,称量范围 0 g~200 g。

- b) 搅拌器。
- c) 空气对流干燥箱:箱内各点温度能保持 $(60\pm 3)^\circ\text{C}$ 。
- d) 恒温水槽:温度调节范围 $30^\circ\text{C}\sim 100^\circ\text{C}$,控温精度 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。
- e) 游标卡尺:精度 0.02 mm 。
- f) 涂胶器具:如绕线棒、涂胶辊、涂胶刮板或其他合适的手工涂胶器具。这些工具应能均匀地涂布胶粘剂,涂胶量误差在 $\pm 5\%$ 范围内。
- g) 试样加压装置:如夹具、加压块,应对试样的整个胶接面均匀地施加被测胶粘剂胶接工艺规定的压力。
- h) 万能力学试验机:量程 $0\text{ N}\sim 40\text{ kN}$,精度 10 N 。

5.8.1.2 试件

采用含水率 $6\%\sim 12\%$,密度 $0.67\text{ g/cm}^3\sim 0.77\text{ g/cm}^3$ 的桦木或与之性能相近的木材作试件材料。试件的形状和尺寸如图1所示。用于试件的试片尺寸为 $30\text{ mm}\times 25\text{ mm}\times 10\text{ mm}$,其胶接面应加工平滑且材料的主纤维方向与试片的轴相平行。为了获得准确的测试数据,试片应从3个不同的木块上截取,每个木块至少可制备3个试件并编为一组。

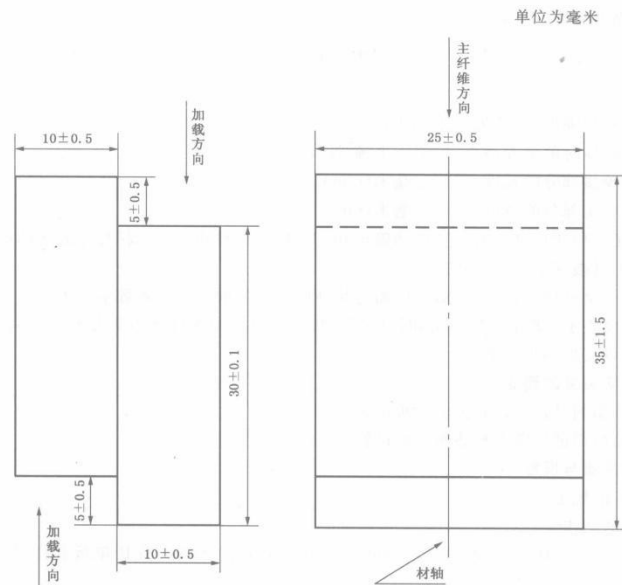


图1 压缩剪切强度试件的形状和尺寸

5.8.1.3 试件的制作

试片称量后进行配对,以使相近密度的试片作为一个试件。将主剂与交联剂按生产厂指定的比例混合均匀,分别涂在两块试片的胶接面上,涂胶量为 $(125\pm 25)\text{ g/m}^2$ 。将两试片按同纤维方向层积成试件,陈放时间不超过 5 min 。在 $20^\circ\text{C}\sim 25^\circ\text{C}$ 下以 $1.0\text{ MPa}\sim 1.5\text{ MPa}$ 的压力加压 24 h 后,解除压力,将试样在同样温度下放置 72 h ,削除胶接面周边上多余的胶粘剂。如此加工制作 12 个试件,分别测量其胶接面的长度和宽度。

5.8.1.4 试件的处理

- 5.8.1.4.1 常态:将试件置于温度(23±2)℃,相对湿度(50±5)%的实验室内 48 h 后进行测试。
- 5.8.1.4.2 热水浸渍:将试件置于(60±3)℃的热水中浸渍 3 h,取出后置于室温水冷却 10 min 后立即进行测试。试件浸渍时应将试件全部浸入热水中并加盖。
- 5.8.1.4.3 反复煮沸:将试件置于沸水中煮 4 h,然后在(60±3)℃的空气对流干燥箱中干燥 20 h,再在沸水中煮 4 h,取出后于室温水中冷却 10 min 后立即进行测试。试件煮沸时应将试件全部浸入沸水中并加盖。

5.8.1.5 试验条件

- 5.8.1.5.1 试验时试验机的加载速度控制在使试件在(60±20) s 内破坏。
- 5.8.1.5.2 试验室温度(23±2)℃,相对湿度(50±5)%。

5.8.1.6 试验步骤

将试件置于压缩剪切强度试验用的夹持器中,使试件的剪切面与荷重轴平行,开动试验机对试件连续施加压力,使试件受剪力后在(60±20) s 内破坏,测定试件破坏时的最大荷重。

5.8.1.7 试验结果

试件的压缩剪切强度按式(3)计算:

$$\sigma = \frac{p}{L_a \times L_b} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- σ——压缩剪切强度,单位为兆帕(MPa);
- p——试件破坏时的最大荷重,单位为牛顿(N);
- L_a——试件胶接部分的长度,单位为毫米(mm);
- L_b——试件胶接部分的宽度,单位为毫米(mm)。

单个试件压缩剪切强度值的计算应精确至 0.01 MPa,用目测估计木材部分破坏的面积占胶接面积的百分率作为木材破坏率(%),精确至 10%。

依次测定 12 个试件,取其平均值。压缩剪切强度平均值取 3 位有效数字。木材破坏率平均值 2 舍 3 入以 5%为分度表示。若平均压缩剪切强度低于规定值但平均木材破坏率大于 50%时,允许重新制作试件进行复检,以复检结果为准。

5.8.2 拉伸剪切强度的测定

- I 型 I 类胶粘剂进行常态和反复煮沸试验。
- II 型 II 类胶粘剂进行常态和热水浸渍试验。

5.8.2.1 试验仪器与设备

按 5.8.1.1 的规定。

5.8.2.2 试件的制作

采用含水率 6%~10%,密度 0.45 g/cm³~0.60 g/cm³ 的柳桉类旋切单板制作试件,单板厚度为 1.2 mm~1.5 mm。

将主剂与交联剂按生产厂指定的比例混合均匀,分别涂在单板两面作为芯板,涂胶量为(200±25) g/m²。另取两块单板作为表板和背板,使其紧面分别朝外且纤维方向与芯板垂直进行层积,陈放时间不超过 5 min。在预压机中以(1.0±0.1) MPa 的压力均匀加压 30 min。然后,置于热压机中,以(0.8±0.1) MPa 的压力,于(115±3)℃的温度下均匀加压 3 min,制作 3 张等厚的 3 层胶合板,在室温下放置 24 h,胶合后的试材按图 2 的形状和尺寸锯割制作试件。

试件开槽要确保测试受载时一半试件芯板的旋切裂隙受拉伸,而另一半试件芯板的旋切裂隙受压缩,即每张胶合板按正(表板)、反(背板)方向各锯割制作 5 个试件,总共 30 个试件,分别测量其剪切面的长度和宽度。

单位为毫米

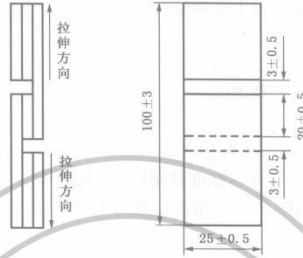


图2 拉伸剪切强度试件的形状和尺寸

5.8.2.3 试件的处理

试件按 5.8.1.4 的规定进行处理。

5.8.2.4 试验条件

5.8.2.4.1 试验时将试验机的加载速度控制在 5.88 kN/min 或 0.5 mm/min~1.0 mm/min。

5.8.2.4.2 试验室温度(23±2)℃,相对湿度(50±5)%。

5.8.2.5 试验步骤

将试件两端置于试验机的一对活动夹头中夹紧,试件的放置应使其纵轴与试验机活动夹头的轴线相一致,并保持试件上下夹持部位与胶接部位距离相等。以匀速对试件加载至破坏,读取试件破坏时的最大荷重。读数应精确至 10 N。

5.8.2.6 试验结果

试件的拉伸剪切强度按式(4)计算:

$$X = \frac{p}{L_a \times L_b} \quad (4)$$

式中:

X ——拉伸剪切强度,单位为兆帕(MPa);

p ——试件破坏时的最大荷重,单位为牛顿(N);

L_a ——试件剪断面的长度,单位为毫米(mm);

L_b ——试件剪断面的宽度,单位为毫米(mm);

单个试件拉伸剪切强度值的计算应精确至 0.01 MPa,用目测估计木材部分破坏的面积占胶接面积的百分率作为木材破坏率(%),精确至 10%。

依次测定 30 个试件,取其平均值。拉伸剪切强度平均值取 3 位有效数字,木材破坏率平均值 2 舍 3 入以 5% 为分度表示。若平均拉伸剪切强度低于规定值而平均木材破坏率大于 50% 时,允许重新制作试件进行复检,以复检结果为准。

5.9 适用期的测定

按 GB/T 7123 规定进行。

6 检验规则

6.1 生产方必须保证出厂的产品达到本标准规定的各项技术要求,产品应由质检部门出具产品质量合格证。

6.2 取样按 GB/T 6680 的规定进行。

6.3 产品检验分出厂检验和型式检验两种。

6.4 出厂检验按本标准表 2 要求进行。

6.5 型式检验包括出厂检验的全部项目和表3规定的检验项目。有下列情况之一者,应进行型式检验:

- a) 当原辅材料及生产工艺发生较大变动时;
- b) 长期停产后恢复生产时;
- c) 正常生产时,每半年检验一次;
- d) 质量监督机构提出型式检验要求时。

6.6 结果判断

全部检测项目均合格时,判该批产品为合格品。

检验结果中有某项技术要求不符合本标准规定时,应重新从该批产品加倍量的包装件中取样进行复检,复检结果应全部符合标准要求,否则该批产品判为不合格品。

7 包装、标志、运输和贮存

7.1 包装

7.1.1 产品用带盖的涂塑铁桶或塑料桶按产品的配比分别密封包装,主剂和交联剂的包装容器应有明显区别。

7.1.2 包装好的产品应附有产品合格证。合格证应包括以下内容:生产厂名、产品名称、型号、批号、检验号、检验项目、检验结果及检验日期。必要时另附使用说明书及注意事项。

7.2 标志

7.2.1 包装桶的立面应有清晰、牢固的标志。

7.2.2 包装桶的标志上应标明:

- a) 生产厂名;
- b) 产品名称和型号;
- c) 产品净重;
- d) 商标;
- e) 制造日期或生产批号;
- f) 执行标准;
- g) 保管和运输注意事项;
- h) 有效期限。

7.3 运输

运输中应防晒、防雨、防冻,禁止接近火源,防止碰撞,保持包装完好无损。

7.4 贮存

7.4.1 产品应密封贮存于干燥、通风良好的室内,环境温度不低于5℃。

7.4.2 存放的产品应远离热源,并隔断火源。

7.4.3 在符合本标准规定的运输和贮存条件下,自生产之日起,产品的有效期为半年。超过有效期的产品应按本标准规定进行所有项目的检验,检验合格仍可使用。

附录 A
(资料性附录)
注 意 事 项

A.1

主剂、交联剂二组分经调和即可使用。交联剂组分加入越多,温度越高,则固化越快,因此配胶量应严格控制,不宜过多,以免失效造成浪费。

A.2

交联剂组分中含有少量异氰酸酯单体为有害物质,其蒸气逸出会刺激眼睛、呼吸道。因此必须加强工作场所的通风和排气,注意劳动保护。