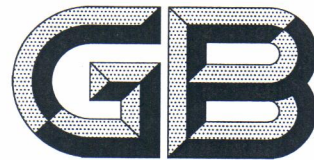


ICS 83.180
G 38



中华人民共和国国家标准

GB/T 30777—2014

胶粘剂闪点的测定 闭杯法

Determination of flash point of adhesives—Close cup

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
胶 粘 剂 闪 点 的 测 定 闭 杯 法
GB/T 30777—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 8 千字
2014年9月第一版 2014年9月第一次印刷

*

书号: 155066·1-49944 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国胶粘剂标准化技术委员会(SAC/TC 185)归口。

本标准起草单位:江苏黑松林粘合剂厂有限公司、上海阳光科学仪器制造有限公司、上海橡胶制品研究所。

本标准主要起草人:刘鹏凯、殷萍、黄雄强、肖伟强、许宁。

胶粘剂闪点的测定 闭杯法

1 范围

本标准规定了含挥发性有机化合物的胶粘剂闪点的测定方法。

本标准适用于测定含溶剂和无溶剂的胶粘剂,但不适用于含少于10%挥发性有机化合物的水基胶粘剂。

注:当胶粘剂含有卤代烃类组分时,可能干扰试验的观察和结果。

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 2943 胶粘剂术语

GB/T 20740—2006 胶粘剂取样

3 术语和定义

GB/T 2943界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

闪点 flashpoint

在规定的试验条件下,用火源引起试样蒸气闪火,修正到101.3 kPa(760 mmHg)大气压校正的最低温度。

4 原理

试验样品置于规定的闭口杯中,浸泡于加热池里。加热池的温度以一定的速度缓慢上升,加热池的液体和试验样品的温差不超过2℃,且保证加热过程中试验样品的升温速度不超过0.5℃/1.5 min。在加热过程中,以不小于1.5 min的时间间隔执行点火试验。记下闪光出现的最低温度,计算出试验产品闪点的温度,并经101.3 kPa大气压校正。

为保证试验在几乎平衡的条件下进行,建议使用慢加热速度。因为一些产品的低热导率或高粘度阻碍热传导。可以通过使用搅拌装置保持受试样品的温度均匀性(在点火试验中不进行搅拌操作)。

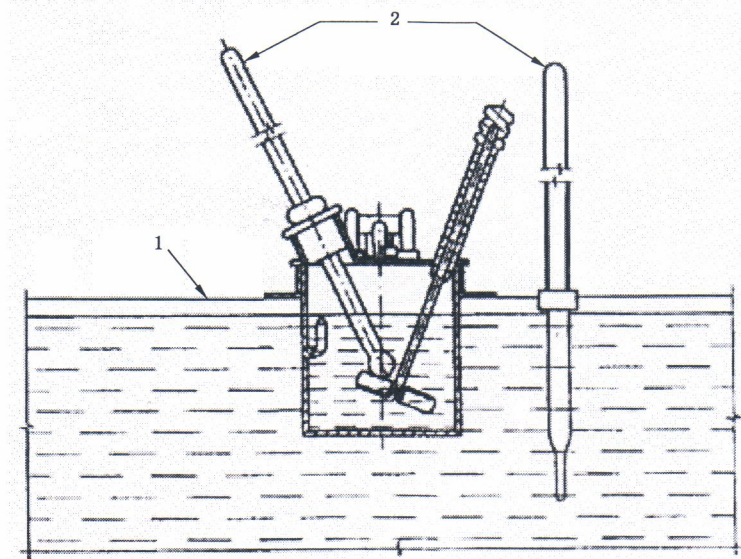
点火最小时间间隔不宜过小,以保证在每次点火试验后试验样品上方的气室中的蒸气饱和浓度。

当被测胶粘剂在较低的温度下,形成“冻态”,妨碍搅拌操作时,可在设定的试验温度下试样恒温至少10 min后进行后续试验。

5 仪器

5.1 闭口杯和杯盖

闭口杯。带有内液面水平指示器和杯盖(见图1)。



说明：

1——支架；

2——温度计。

图 1 浸泡在加热池中的带有搅拌器(见 5.1)的闭口杯(图中未显示加热池的搅拌器)

如果胶粘剂容易受铜质闭口杯材质的影响,应改用其他更合适的闭口杯材质(例如不锈钢)。闭口杯可以安装有一个搅拌器,以提高温度的均匀性。如果拆下了闭口杯上的原装搅拌器,在开始试验之前杯盖上的孔应被牢牢堵住。杯盖上装有一个开孔滑动盖和一个点火装置,在试验时将点火装置插入杯盖上的一个开孔内。仪器应可以在 (2.5 ± 0.5) s 的时间内打开滑动盖、插入点火装置的火焰喷嘴,关闭滑动盖执行点火试验。允许使用机械驱动装置,打开滑动盖且将点火装置置于闭口杯中的空气和蒸气混合物中。点火装置的火源可以是任何适当的可燃气体,也可使用电动点火装置代替火焰加热池。

5.2 加热池

含适当的液体(或采用其他的导热介质,如金属块、循环加热冷却器等),可以调节至要求的温度(见 7.1)且有足够的热容量以满足 7.2.3.5 的要求。建议使用带有搅拌器和适当量程范围温度计的加热池。

5.3 温度计

闭口杯(5.1)应装有一个有适当测定范围和外部尺寸的温度计,当浸泡在试验样品中时,测量其温度(误差不大于 $0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$)。建议使用刻度为 $0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的温度计。加热池(5.2)应装有相同精度的温度计。

5.4 支架

用于支撑加热池(5.1)中的闭口杯,以使杯盖和上部边缘水平。闭口杯直接浸泡于加热池中的液体中,使得试验样品的液面和加热池中液体的液面相同(见图 1)。

6 取样和样品处理

按 GB/T 20740—2006 规定取样。样品不应贮存在塑料(聚乙烯、聚丙烯等)瓶中。为防止挥发性组分的可能损失,在打开样品容器取出试验样品之前,应将容器至少冷却至低于估测值(见 7.1) $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下。在取出试验样品之后,立即将样品容器紧密关闭,确保容器中挥发性组分损失最小化。如有多量挥

发性组分损失,则不适合下一步试验。

7 试验步骤

7.1 初测试验

通过一个或多个初测试验估测样品闪点。由估测值确定试验的开始温度[应低于估测值 $(5 \pm 1)^\circ\text{C}$]。

7.2 确定试验

7.2.1 仪器设置

将仪器放置在弱光照、不通风的地方(例如在一个罩内)。将加热池(5.2)中的液体温度调节至估测值(见 7.1) $(5 \pm 1)^\circ\text{C}$ 以下。清洗并擦干闭口杯(5.1)、杯盖和温度计(5.3),并恒温至与加热池的温度相近。

7.2.2 试验样品

按第 6 章规定取样和处理试验样品,并保证在整个制备过程中其温度低于估测闪点温度至少 10°C 。将闭口杯装入试验样品直到内液面指示器刚刚消失在液体表面以下。注意避免气泡的形成和样品与液面指示器以上杯壁的接触。如果发生上述任一种情况,影响试验精度,则清空闭口杯,按第 6 章规定填充新的试验样品。

7.2.3 测定

7.2.3.1 在填充完闭口杯之后,立即合上杯盖和放置温度计。加热池支架支撑闭口杯,杯盖水平,闭口杯浸泡在加热池中直接和液体接触,且试验样品表面和加热池液体在同一液面上。确认加热池至 7.1 要求的温度下。

7.2.3.2 点燃气体的点火装置(如果使用),并将其调节至一个近似的球形[直径为 $(3.5 \pm 0.5)\text{mm}$]。

7.2.3.3 当试验样品与加热池中液体的温度相同(即确定试验的开始温度),关闭搅拌器(如果使用),并在 $(2.5 \pm 0.5)\text{s}$ 的时间内打开滑动盖、插入点火装置的喷嘴(或操作电动点火装置,如果使用)、关闭滑动盖执行点火试验。注意观察在打开和关闭滑动盖时的闪光。

7.2.3.4 记录是否出现闪光。当受试的蒸气混合物接近闪点时,使用点火火焰可能引起光晕;但是,仅在出现较大火焰,且火焰蔓延至液体表面时才认为产品出现闪光。如果蓝色火焰未出现闪光,但是当滑动盖打开并使用点火火焰时孔口燃烧起持续的光焰,则产品的闪点在试验温度以下,因此初步试验(见 7.1)应在预期闪点以下至少 10°C 重复进行。

7.2.3.5 如果出现闪光,使用一个新的试验样品执行测定(见 7.2.3),但是在比先前选择的温度大约低 5°C 的温度下开始试验,如果不出现闪光,以一定的速度加热,使加热池和试验样品的温差不超过 2°C 。当试验样品的温度升高 0.5°C 时(即在不小于 1.5min 后),重复点火试验,且如果观察不到闪光,重复此程序直至温度达到闪光出现。读取闭口杯温度计显示的温度(精确至 0.5°C),记录大气压力,单位为 kPa。因为试验中胶粘剂组分可能挥发,整个试验时间不得超过 1h 。

7.2.3.6 单次试验结果的校正

当试验环境气压不是 101.3kPa 时,闪点测定值按下式修正:

$$\text{修正后的闪点} = \text{测定值} + 0.25(101.3 - p)$$

其中: p 为测定时的大气压力,单位为 kPa。

注:环境大气压力范围为 $98.0\text{kPa} \sim 104.7\text{kPa}$ 时,本公式可得较正确的修正结果。

7.2.4 平行测定

清洗闭口杯并使用新试验样品进行第二次测定,重复 7.2.3 试验。

7.2.5 试验结果

7.2.5.1 如果根据 7.2.3 计算的两个独立试验的结果偏差不超过 $1.0\text{ }^{\circ}\text{C}$,则平均值即为闪点(精确至 $0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$)。

7.2.5.2 如果两个结果的偏差超过 $1.0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 则应执行第三次试验。如果三个结果的最大偏差不超过 $1.5\text{ }^{\circ}\text{C}$,则平均值即为闪点(精确至 $0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$)。

7.2.5.3 如果三个结果的最大偏差超过 $1.5\text{ }^{\circ}\text{C}$,应再执行两次试验。如果五个试验结果中仅有一个结果与平均值的偏差超过 $1.5\text{ }^{\circ}\text{C}$,则拒绝这个结果并将另外四个结果的平均值视为闪点(精确至 $0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$)。

7.2.5.4 如果五个结果中不止一个与平均值的偏差超过 $1.5\text{ }^{\circ}\text{C}$,则此平均值即为闪点(精确至 $0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$),但是需要在试验报告中说明单个值,并添加一个关于受试产品无规律闪光的注释。

8 试验报告

试验报告至少应包括下列内容:

- a) 本标准的编号;
- b) 受试产品的类型及完整的信息;
- c) 试验用闭口杯的参考信息;
- d) 校准为标准大气压下的闪点的平均值;
- e) 任何偏离规定试验步骤的说明;
- f) 试验日期。



GB/T 30777-2014

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-49944

定价: 14.00 元