

# 纤维增强塑料树脂不可溶分含量试验方法

## 1 范围

本标准规定了用萃取法测定纤维增强塑料树脂不可溶分含量(又称固化度)试验的试样、仪器与试剂、试验步骤、结果计算及试验报告。

本标准适用于以玻璃纤维、碳纤维和芳纶为增强材料,以环氧、聚酯、酚醛类树脂为基体的纤维增强塑料。

## 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 2577 玻璃纤维增强塑料树脂含量试验方法(GB/T 2577—2005,ISO 1172:1996,MOD)

GB/T 3855 碳纤维增强塑料树脂含量试验方法(GB/T 3855—2005)

## 3 方法原理

用接近沸点温度的丙酮提取增强塑料树脂中可溶成分,不可溶分被认为是已固化的树脂。

## 4 试样

### 4.1 试样制备

4.1.1 所取试样要靠近测定树脂含量的部位。

4.1.2 试样用蘸有溶剂(对试样无腐蚀作用)的软布擦净。

4.1.3 用锉刀或其他合适工具将试样加工成粉末,注意不可引起树脂过热。

4.1.4 将粉碎后试样用 0.4 mm 标准筛过筛,筛上剩余物再行粉碎,直至全部过筛搅匀后备用。对于固化度太低,粉碎时感到粘滞或粉碎后纤维呈棉绒状的样品,可不必过筛。

### 4.2 试样预处理

试样可按下列方式之一或按产品要求进行预处理:

a) 玻璃纤维增强塑料

1) 在干燥器中至少放置 24 h;

2) 80℃±2℃烘箱中干燥 2 h,放入干燥器,冷却至室温。

b) 碳纤维及芳纶增强塑料

1) 干燥器中放置至少 48 h;

2) 80℃±2℃烘箱中干燥 3 h,放入干燥器,冷却至室温。

c) 对于常温固化产品,试样预处理不能采用上述方式中 2)。

### 4.3 取样

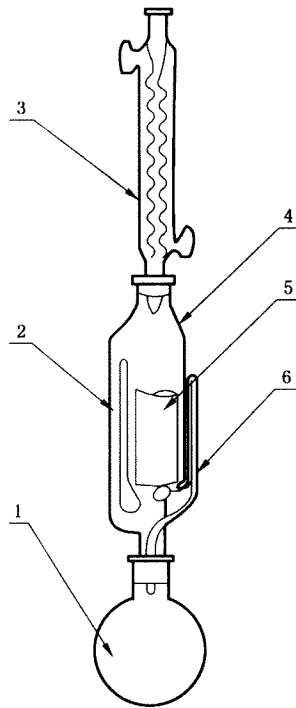
取 3 份试样为一组,每份试样为 1 g±0.2 g。

## 5 仪器与试剂

试验中所用仪器与试剂有:

a) 索氏萃取器(见图 1);规格 250 mL 或其他具有相同功能的合适仪器;

- b) 电热恒温水浴:温度范围室温~100℃,控温精度±2℃;
- c) 鼓风干燥烘箱:应具有适当的可控温度范围,控温精度为±2℃;
- d) 分析天平:感量 0.1 mg;
- e) 锉刀或其他合适的粉碎工具:如粉碎机等;
- f) 定量滤纸:φ15 cm 或其他合适尺寸;
- g) 标准筛:0.4 mm;
- h) 适当大小的称量瓶;
- i) 丙酮试剂:化学纯或工业级。



- 1——烧瓶;
- 2——蒸汽上升管;
- 3——冷凝器;
- 4——回流萃取器;
- 5——滤纸筒(内装试样);
- 6——回流虹吸管。

图 1 索氏回流萃取器示意图

6 试验步骤

- 6.1 用干燥的称量瓶在分析天平上称量滤纸筒(包括脱脂棉)或滤纸,精确至 0.1 mg。
- 6.2 将粉末试样放入称量瓶中滤纸筒(试样上面覆盖薄层脱脂棉)或滤纸包内,称量精确至 0.1 mg。
- 6.3 将装有试样和脱脂棉的滤纸筒或滤纸包放入萃取器内,滤纸筒或滤纸包要稍低于萃取器虹吸管(见图 1)。装上冷凝器、萃取器、烧瓶。注入烧瓶中 150 mL 丙酮。在 80℃±2℃ 恒温水浴上连续萃取 3 h。萃取液在虹吸管中每小时回流次数为(6~10)次。如果需要,可在一个萃取器内同时萃取几份试样,但萃取时间可适当延长(2 份试样萃取 4 h;3 份试样萃取 6 h)。

注:以酚醛树脂为基体的纤维增强塑料可采用乙醇。

- 6.4 酚醛树脂和仲裁试样萃取时间为 16 h。
- 6.5 取出萃取过的滤纸筒或滤纸包,沥干片刻,放入温度已恒至 105℃±2℃ 烘箱中,并放入适当大小,

能容纳滤纸筒或滤纸包的空称量瓶一同干燥至恒重：

- a) 玻璃纤维增强塑料一般选用 105℃±2℃干燥 2 h；
- b) 碳纤维和芳纶增强塑料一般选用 105℃±2℃干燥 3 h。

- 6.6 将干燥至恒重的滤纸筒或滤纸包放入称量瓶中盖好，从烘箱中取出放入干燥器内，冷却至室温，称量，精确至 0.1 mg。
- 6.7 取出瓶中滤纸筒或滤纸包，再称称量瓶质量，其称量结果之差，即为萃取后滤纸与剩余物总质量。
- 6.8 按上述同样条件做一空白试验，计算时用以校正装样滤纸筒或滤纸包。
- 6.9 测定纤维增强塑料树脂含量。
- 6.9.1 玻璃纤维增强塑料树脂含量测定按 GB/T 2577 规定。
- 6.9.2 碳纤维增强塑料树脂含量测定按 GB/T 3855 规定。
- 6.9.3 芳纶增强塑料树脂含量测定参照 GB/T 3855 规定。其中消化过程为：试样在 50 mL 二甲基亚砜中加热至 130℃±5℃，恒温 1 h，冷却至室温。加入浓硝酸，使混合液中硝酸占 10%（体积分数），加热混合液至 130℃±5℃，恒温 30 min。

7 结果计算

7.1 空白滤纸质量损失率按公式(1)计算：

$$C_0 = (m_4 - m_5) / m_4 \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$C_0$ ——空白滤纸质量损失率，%；

$m_4$ ——空白滤纸萃取前（包括脱脂棉）质量，单位为毫克（mg）；

$m_5$ ——空白滤纸萃取后（包括脱脂棉）质量，单位为毫克（mg）。

7.2 萃取后质量按公式(2)计算：

$$m_2 = m_3 - m(1 - C_0) \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$m_2$ ——萃取后试样质量，单位为毫克（mg）；

$m_3$ ——萃取后滤纸筒或滤纸包与剩余物总质量，单位为毫克（mg）；

$m$ ——萃取前装样滤纸筒（包括脱脂棉）或滤纸包质量，单位为毫克（mg）；

$C_0$ ——空白滤纸质量损失率，%。

7.3 纤维增强塑料树脂不可溶分含量按式(3)计算：

$$C_r = \left(1 - \frac{m_1 - m_2}{m_1 \times M_r}\right) \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$C_r$ ——纤维增强塑料树脂不可溶分含量，%；

$m_1$ ——萃取前试样质量，单位为毫克（mg）；

$M_r$ ——纤维增强塑料树脂含量，%；

$m_2$ ——萃取后试样质量，单位为毫克（mg）。

7.4 计算每组试样的算术平均值，取三位有效数字。

## 8 试验报告

试验报告包括下列全部或部分內容：

- a) 本标准号；
- b) 试验条件、项目和名称；
- c) 试验用材料种类及来源；
- d) 试样预处理条件及试样粉碎方式；
- e) 试验过程中异常现象；
- f) 试验结果，注明试样的单值；
- g) 试验人员、日期及其他。

附 录 A  
(资料性附录)

本标准与 ISO 308:1994 章条对照表

本标准章条编号	ISO 308:1994 章条编号
1. 范围	1. 范围
2. 规范性引用文件	2. 规范性引用文件
—	3. 定义
3. 方法原理	4. 原理
4. 试样	5. 试剂
5. 仪器与试剂	6. 仪器
6. 测试	7. 试样制备
—	8. 步骤
7. 结果计算	—
—	9. 结果表示
8. 试验报告	10. 试验报告

\_\_\_\_\_