

不饱和聚酯树脂
80℃下反应活性测定方法

Unsaturated polyester resin
Determination of reactivity at 80℃

本标准适用于不饱和聚酯树脂80℃下反应活性的测定。

本标准等效采用ISO 584—1982《塑料——不饱和聚酯树脂——80℃下反应活性的测定（常规方法）》。

1 名词、术语

1.1 不饱和聚酯树脂的反应活性：加入引发剂后80℃下树脂的聚合反应速度，用放热峰、凝胶时间和固化时间来表征。

1.2 放热峰：指不饱和聚酯树脂—引发剂混合液在聚合反应过程中可达到的最高温度。

1.3 凝胶时间：指反应中混合液温度，从65℃升至90℃所需的时间。

1.4 固化时间：混合液温度超过90℃时，从65℃升至放热峰所需的时间。

2 方法原理

100g树脂和1g引发剂的混合液，注入规定尺寸的试管中，于80℃恒温水浴加热下，观察或记录混合物温度的变化。

3 试剂

3.1 过氧化二苯甲酰：纯度不低于98%，精制方法见附录A。

注：过氧化二苯甲酰是危险品，应引起重视。

3.2 邻苯二甲酸二丁酯：分析纯。

3.3 苯乙烯：工业一级品。

4 仪器和设备

4.1 超级恒温水浴。

4.2 玻璃试管：内径为 18 ± 0.5 mm，壁厚为 1.5 ± 0.2 mm，长度不小于150mm。

4.3 测温元件

4.3.1 热电偶：铁—康铜热电偶或镍铬—考铜热电偶（EA—2），热电偶丝直径为0.5~1mm。

4.3.2 温度计：0~100℃，分度值为0.5℃。

4.4 温度记录仪：与热电偶配套，所用记录纸应保证其温度准确至1℃，时间读数准确至15s。

4.5 天平：最大称量200g，感量分别为0.001g和0.1g。

4.6 秒表。

5 试验方法

5.1 不饱和聚酯树脂80℃下反应活性的测定（仲裁法）

- 5.1.1** 热电偶可用绞结或焊接的方法形成接点。绞结要求：绞结数5个，应平服、紧密、无毛刺。
- 5.1.2** 在250 ml烧杯中，分别称取 1 ± 0.01 g过氧化二苯甲酰和邻苯二甲酸二丁酯，加以混合并加入 100 ± 1 g不饱和聚酯树脂。将混合液置于 $15 \sim 35$ ℃下连续搅拌 $2 \sim 3$ min直至均匀透明。立即将混合液注入试管，试样量以充至试管高 $70 \sim 80$ mm为好。
- 5.1.3** 热电偶接点在试样中位置，无论在轴向或水平方向都必须保持在正中。然后将试管放入 80 ℃水浴中，试样液面应处于水浴液面之下 10 mm。
- 5.1.4** 开启温度记录仪，记录试样在反应过程中温度-时间曲线。
- 5.1.5** 重复试验，待连续二次试验温度测定值相差不超过 5 ℃，时间测定值相差不超过 10% 为止。
- 5.2** 不饱和聚酯树脂 80 ℃凝胶时间的测定¹⁾
- 5.2.1** 用分析天平称取 0.3 ± 0.002 g过氧化二苯甲酰于50ml烧杯中，加入 $6 \sim 7$ 滴苯乙烯润湿过氧化二苯甲酰，搅拌均匀。再称取 30 ± 0.2 g样品于烧杯中，以玻璃棒搅拌至透明为止。
- 5.2.2** 混有引发剂的样品倒入试管至 $70 \sim 80$ mm，将温度计插入试样中心处，然后将试管放入 80 ± 0.5 ℃的水浴中，使试样液面低于水浴面 $5 \sim 10$ mm。
- 5.2.3** 当试样温度升至 65 ℃即按秒表，待温度升至 90 ℃停止秒表，其所需时间即为试样的 80 ℃凝胶时间。
- 5.2.4** 重复试验，二次连续测定时间差不得大于 10% ，否则，重新进行试验。

6 试验报告

试验报告包括以下全部或部分内容：

- a. 试样名称、牌号、批号；
 - b. 试验条件，如热电偶类型、规格和连接方式等；
 - c. 试样放热峰、凝胶时间、固化时间测定值及二次测定值的算术平均值；
- 注：若采用5.2试验方法，其结果只需报告本条款中的凝胶时间。
- d. 绘出试样温度-时间曲线；
 - e. 注明与本标准不同的测试条件，例如：热电偶、加热介质、引发剂及其他助剂等；
 - f. 测试人员、测试日期。

附录 A
过氧化二苯甲酰精制方法
(参考件)

将化学纯的过氧化二苯甲酰溶解于丙酮制成饱和溶液,经过滤,用 5 倍于丙酮的蒸馏水徐徐滴入激烈搅拌中的饱和溶液,尔后将析出的沉淀用吸滤瓶抽滤并用甲醇润湿、干燥,移入干燥器中继续干燥二天后装棕色瓶封存于冰箱。

附加说明:

本标准由国家建筑材料工业局提出,由全国纤维增强塑料标准化技术委员会归口。

本标准由华东化工学院和天津合成材料厂起草。

本标准主要起草人程学弘、赵玉庭、杜礼明、柏孝达。