

ICS 81.080

Q 40

YB

中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 4131—2014

代替 YB/T 4131—2005

耐火材料用酚醛树脂

Phenolic resin for refractories

2014-05-06 发布

2014-10-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 YB/T 4131—2005《耐火材料用酚醛树脂》。

本标准与 YB/T 4131—2005 相比,主要差异是:

——“分类和型号”中增加按溶剂闪点的分类方式,型号表示方法中删除“液体树脂按黏度大小编排”;

——“技术要求”中调整了产品型号,细化了性能指标;将聚速指标更改为聚合时间,将细度指标更改为筛余物;

——细化了黏度的测定方法,明确了测定温度;

——修改了水分测定的引用标准;

——固体含量、游离酚含量、游离醛含量、流动度、pH 值、软化点和筛余物的测定不再以附录的形式编排,改为引用相应的标准;

——“包装、标志、运输、储存和质量证明书”做了调整和补充,增加了对含易燃溶剂的酚醛树脂的标志要求,细化了热固性液体树脂的储存温度和有效期;

——细化了残碳量、聚合时间的测试方法。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国耐火材料标准化技术委员会(SAC/TC193)归口。

本标准起草单位:山东圣泉化工股份有限公司、北京利尔高温材料股份有限公司。

本标准主要起草人:唐路林、魏莹、张志敏、赵继增、刘丽、徐延庆、陈玲、李冬花。

本标准所代替标准版本的历次发布情况:

——YB/T 4131—2005。

耐火材料用酚醛树脂

1 范围

本标准规定了耐火材料用酚醛树脂的分类和型号、技术要求、试验方法、质量评定程序、包装、标志、运输、储存和质量证明书。

本标准适用于耐火材料用固体和液体酚醛树脂。

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,仅所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 190 危险货物包装标志

GB/T 191 包装储运图示标志

GB/T 2794 胶粘剂粘度的测定

GB/T 2916 塑料 氯乙烯均聚和共聚树脂 用空气喷射筛装置的筛分析

GB/T 3723 工业用化工产品采样安全通则

GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 8146—2003 松香试验方法

GB/T 21615 危险品 易燃液体闭杯闪点试验方法

GB/T 24411—2009 摩擦材料用酚醛树脂

HG/T 2501 酚醛树脂 pH 值的测定

3 分类和型号

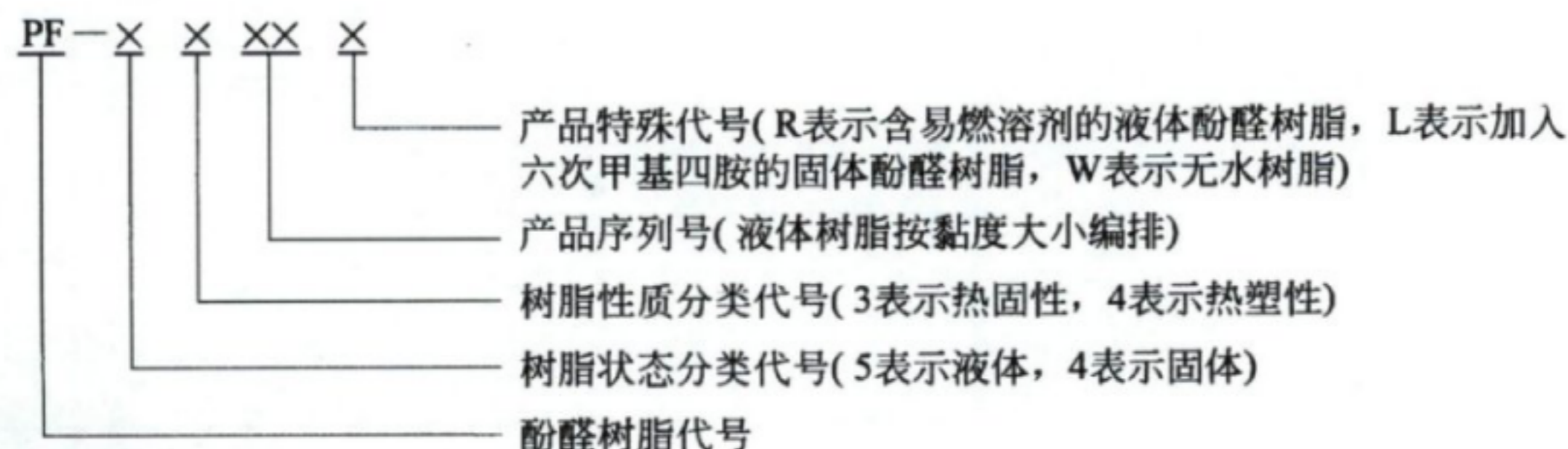
3.1 分类

耐火材料用酚醛树脂,按树脂状态分为固体和液体两类,按树脂性质又分为热固性和热塑性两类。液体酚醛树脂按溶剂闪点分为含易燃溶剂的液体酚醛树脂(溶剂闭杯闪点 $\leq 60.5^{\circ}\text{C}$)和不含易燃溶剂的液体酚醛树脂(溶剂闭杯闪点 $> 60.5^{\circ}\text{C}$)。

3.2 型号

产品型号由酚醛树脂代号、树脂状态分类代号、树脂性质分类代号、产品序列号及产品特殊代号组成。

产品型号表示方法如下:



4 技术要求

4.1 热固性液体酚醛树脂的性能指标应符合表 1 的规定。

表 1 热固性液体酚醛树脂性能指标

型号	黏度(25℃) /mPa·s	水分 /%	固体含量 /%	残碳量 /%	游离酚含量 /%	pH 值	游离醛含量 /%
PF-5300R	100~1000	≤6	≥60	≥30	≤14	6.0~9.0	≤1.1
PF-5301	1000~3000		≥65	≥35			
PF-5303	3000~6000		≤4	≥70	≥40	≤12	
PF-5306	6000~9000						
PF-5309R	9000~15000						
PF-5315	15000~19000						
PF-5319	19000~25000	≥75		≥42			
PF-5325	25000~30000						

4.2 热塑性液体酚醛树脂的性能指标应符合表 2 的规定。

表 2 热塑性液体酚醛树脂性能指标

型号	黏度(25℃) /mPa·s	水分 /%	固体含量 /%	残碳量 /%	游离酚含量 /%	pH 值
PF-54W	6000~30000	≤0.5	≥70	≥27	≤5	6.0~7.5
PF-5401	1000~5000	≤6.5	≥75	≥40	≤12	6.5~8.0
PF-5405R	5000~10000					
PF-5410	10000~15000					
PF-5415	15000~20000					
PF-5420	20000~25000					
PF-5425	25000~30000					

4.3 热塑性固体酚醛树脂的性能指标应符合表 3 的规定。

表 3 热塑性固体酚醛树脂性能指标

型号	残碳量 /%	流动度 /mm	聚合时间 /s	游离酚含量 /%	软化点 /℃	筛余物/%		水分/%
						0.106mm 筛孔	0.075mm 筛孔	
PF-4401	50~58	20~40	45~9	0~4.3	100~115	≤5	—	≤2.0
PF-4402L				2.0~4.5	—			
PF-4403L	≥50	22~55	≥33	0~3.8	—	≤5.00	—	≤2.0
PF-4404L	50~58	20~35	48~73	3.0~4.8	—	—	≤5	
PF-4405L			80~110	0~1.0	—	—		

注:PF-4401 残碳量为加入 10% 六次甲基四胺的指标。

注:随着存放时间的延长,酚醛树脂的颜色会逐渐加深。

5 试验方法

5.1 外观

目测。

5.2 黏度

按 GB/T 2794 中规定的旋转黏度计法测定,测定温度 $(25\pm 0.5)^{\circ}\text{C}$ 。

5.3 水分

按 GB/T 6283 中规定的方法测定。

5.4 固体含量

按 GB/T 24411—2009 中 A.7 规定的方法测定,测定温度及干燥时间也可由供需双方商定。

5.5 残碳量

按附录 A 规定的方法测定。

5.6 游离酚含量

按 GB/T 24411—2009 中 A.3.2 规定的方法测定。

5.7 pH 值

按 HG/T 2501 中规定的方法测定,检测原液,测定温度 $(25\pm 0.5)^{\circ}\text{C}$ 。

5.8 游离醛含量

按 GB/T 24411—2009 中 A.9 规定的方法测定。

5.9 流动度

按 GB/T 24411—2009 中 A.4 规定的方法测定。含六次甲基四胺的粉状样品无需样品预处理;不含六次甲基四胺的样品按 10% 的比例加入六次甲基四胺(试样总质量应不少于 10g),在微型高速粉碎机中粉碎 40s 作为试样。

5.10 聚合时间

按附录 B 规定的方法测定。

5.11 软化点

按 GB/T 8146—2003 中第 4 章规定的方法测定,温度计量程应适合待测试样软化点要求,分度值 0.2°C 。平行测定值的绝对差值应不大于 2°C 。

5.12 筛余物

按 GB/T 2916 中规定的方法测定。

5.13 闪点

按 GB/T 21615 规定的方法测定。

6 质量评定程序

6.1 组批

酚醛树脂应按每一反应釜生产的产品数量,或多釜混合并批后的产品数量组成的均一体为一检验批,最大批量不超过 20t。

6.2 抽样

6.2.1 采用随机抽样法自桶内或袋内抽样,采样单元数按 GB/T 6678—2003 第 7.6.1 的规定。采样安全应符合 GB/T 3723 中有关规定。

6.2.2 液体样品抽取试样量不得少于 250mL,保留样不得少于 100mL,分别装入干燥洁净的留样瓶中。

6.2.3 固体样品取样需自袋内上、中、下取具有代表性的样品混匀,装入洁净干燥的塑料样品袋中,立即封口。每批抽取试样量不得少于 200g,保留样不得少于 100g。

6.2.4 试样的瓶(袋)上应粘贴标签,标明型号、批号、抽样时间。

6.2.5 固体留样在室温下保存 2 个月,液体留样在 10℃以下保存 2 个月。

6.3 合格判定与复检规则

6.3.1 合格批的每一项检验结果均应符合技术要求的规定。如果检验结果不合格项超过一项时,则判定该批为不合格。

6.3.2 检验结果有一项不合格时,应重新自抽样单元中取两倍样进行复检。复检结果合格,则判定该批合格,否则为不合格。

6.4 合格评定形式

合格评定可采用供货方声明、使用方认定或第三方认证的形式进行。

7 包装、标志、运输、储存和质量证明书

7.1 包装

液体酚醛树脂装入洁净、干燥的铁桶或塑料桶内,拧紧桶盖确保密封良好,防止树脂渗出和水分渗入。固体酚醛树脂用内衬塑料内胆的编织袋或三层复合牛皮纸袋包装,塑料内胆要严密,包装时将袋内空气排出后,扎紧封口,防止吸潮;编织袋或牛皮纸袋用封包机封口,并用封口胶带贴牢。也可根据用户要求进行包装。

7.2 标志

7.2.1 酚醛树脂包装上应印有产品标志,内容包括:商标、产品名称、公司名称、产品标准号、产品型号、批号、净重等。

7.2.2 耐火材料用酚醛树脂包装储运图示标志应符合 GB/T 191 的规定,含易燃溶剂的液体酚醛树脂还应符合 GB 190 的规定。

7.3 运输

酚醛树脂在运输装卸过程中不得抛掷,运输和装卸工具应干净、平整、无尖锐物,以免损坏包装。运输过程中应防止暴晒或雨淋,不得与强酸、强碱性物质接触。敞车运输时必须盖上篷布,车厢内要清洁、干燥。

7.4 储存

7.4.1 酚醛树脂应储存在干燥、阴凉的仓库内,固体酚醛树脂堆放在防潮架上,堆放平整,垛高最多不超过 7 层。

7.4.2 热塑性固体树脂和热塑性液体树脂应在 25℃以下储存,有效期 6 个月。

7.4.3 热固性液体树脂宜在 5℃~15℃条件下储存,有效期 2 个月;若在 15℃~25℃条件下储存,有效期 40 天;若在 25℃~32℃条件下储存,有效期 30 天。

7.5 质量证明书

产品出厂应附有质量证明书,内容包括:产品名称、型号、生产日期、批号、检验结果等。

附录 A

(规范性附录)

耐火材料用酚醛树脂残碳量的测定

A.1 原理

将一定质量的酚醛树脂置于瓷坩埚中,经一定温度灼烧一定时间后剩余的碳含量即为残碳量,以质量分数表示。

A.2 装置

- A.2.1 电子天平:精度分别为 0.0001g 及 0.01g。
- A.2.2 高温电阻炉:温度可保持在(800±15)℃。
- A.2.3 烘箱:可恒温至(150±1)℃。
- A.2.4 瓷坩埚(带盖):50mL。
- A.2.5 干燥器:内盛硅胶。
- A.2.6 玻璃棒。
- A.2.7 微型高速粉碎机:适于粉碎固体酚醛树脂。
- A.2.8 封闭式电炉。

A.3 试剂和材料

六次甲基四胺:分析纯。

A.4 测定程序

A.4.1 试样的制备

- A.4.1.1 热固性液体树脂:无需样品预处理。
- A.4.1.2 热塑性液体树脂:称取树脂样品 18.0g(精确至 0.01g)及六次甲基四胺 2.0g(精确至 0.01g)于 50mL 瓷坩埚中,用玻璃棒搅拌混合均匀。
- A.4.1.3 热塑性固体树脂:含六次甲基四胺的粉状样品无需样品预处理;不含六次甲基四胺的样品按 10%(或供需双方商定)的比例加入六次甲基四胺(试样总质量应不少于 10g)后在微型高速粉碎机中粉碎 40s。

A.4.2 测定步骤

- A.4.2.1 在高温电阻炉中(800±15)℃下恒重瓷坩埚,取出在空气中冷却,温度降低后移入干燥器中,冷却至室温。
- A.4.2.2 称量瓷坩埚质量(精确至 0.0001g),记为 m 。
- A.4.2.3 称取试样 1.8g~2.2g(精确至 0.0001g)于上述坩埚中,记录样品质量 m_1 。
- A.4.2.4 易挥发物质的处理如下:
 - a) 液体树脂:将称有样品的坩埚放在温度为 250℃~300℃的封闭式电炉上加热,待坩埚内无明显挥发物冒出时,取下坩埚;
 - b) 固体树脂:将称有样品的坩埚放在已恒温至(150±1)℃的烘箱内恒温 2h 取出。
- A.4.2.5 将上述坩埚盖好盖放到(800±15)℃的高温电阻炉中,灼烧 7min 取出。
- A.4.2.6 令其在空气中冷却,温度降低后移入干燥器中,冷却至室温称其质量(精确至 0.0001g),记为 m_2 。

A.5 结果计算

残碳量用质量分数 w 计,数值以%表示,按式(A.1)计算:

$$w = \frac{m_2 - m}{m_1} \times 100 \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

m ——瓷坩埚质量,单位为克(g);

m_1 ——试样质量,单位为克(g);

m_2 ——灼烧后残碳和坩埚质量,单位为克(g)。

平行测定值的绝对差值应不大于2%,取其平均值为测定结果。

附录 B
(规范性附录)

耐火材料用酚醛树脂聚合时间的测定

B.1 原理

在一定温度下酚醛树脂在热板上缩聚成 B 阶树脂所需的时间。

B.2 装置

B.2.1 聚合热板: 尺寸为 $200\text{mm} \times 200\text{mm} \times 50\text{mm}$ 的 45 号钢板(下面用电炉加热), 表面刻画有直径为 50mm 的中心圆, 推荐的形状尺寸见图 B.1。

B.2.2 可调式电炉: $0\text{W} \sim 2000\text{W}$ 。

B.2.3 温控装置: 可将聚合热板温度控制在 $(150 \pm 1)^\circ\text{C}$, 控温精度 $\pm 0.1^\circ\text{C}$ 。

B.2.4 秒表。

B.2.5 钢刮刀: 宽约 10mm , 长 $100\text{mm} \sim 150\text{mm}$ 。

B.2.6 分析天平: 精度 0.01g 。

单位为毫米

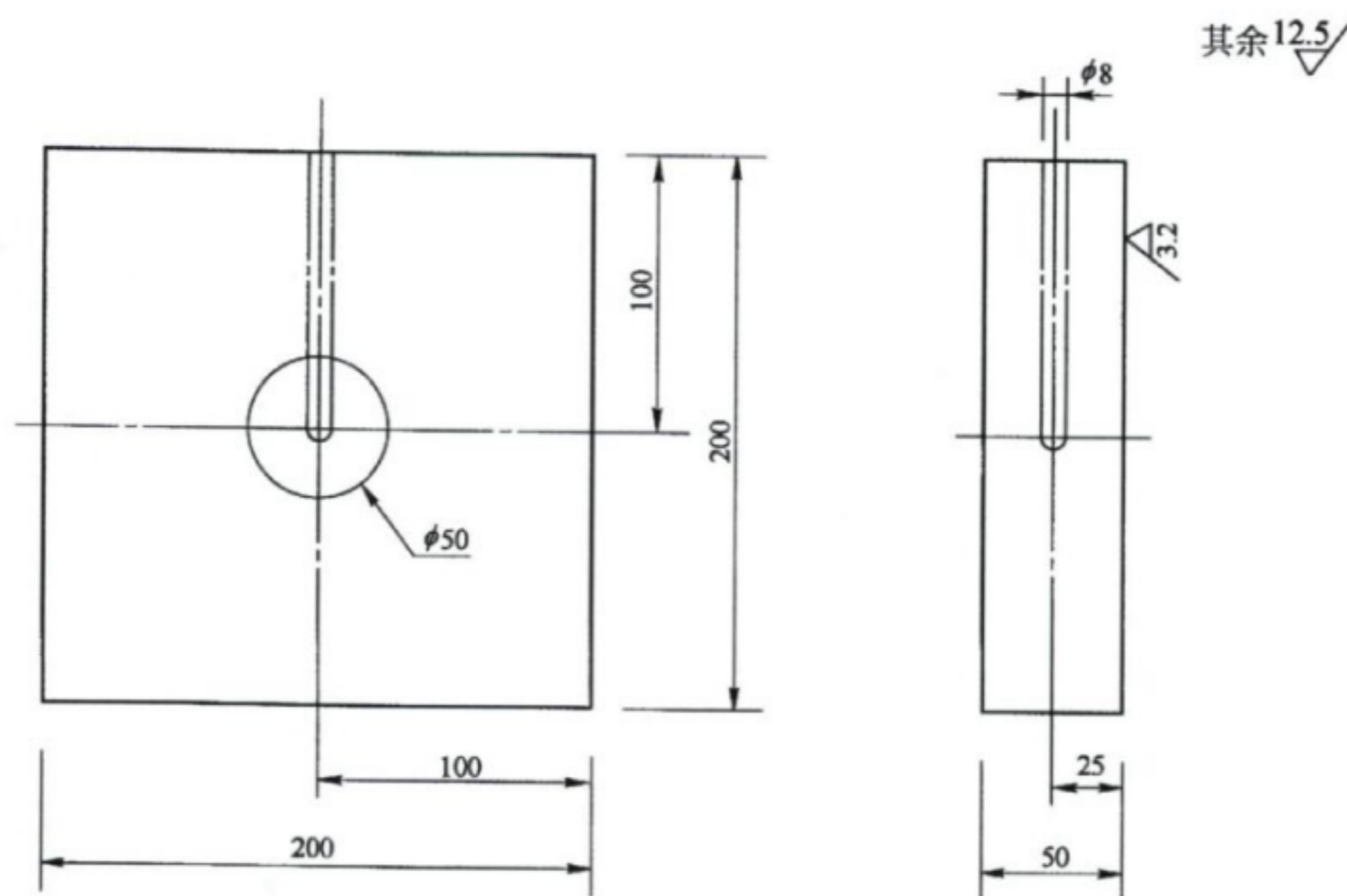


图 B.1 聚合热板尺寸图(1:4)

B.3 试剂和材料

六次甲基四胺: 分析纯。

B.4 测定程序

B.4.1 试样的制备

含六次甲基四胺的粉状样品无需样品预处理; 不含六次甲基四胺的样品按 10% (或供需双方商定) 的比例加入六次甲基四胺(试样总质量应不少于 10g), 然后在微型高速粉碎机中粉碎 40s 。

B.4.2 测定

称取酚醛树脂试样 1.0g(精确至 0.01g),放置在预先加热到 $(150\pm 1)^{\circ}\text{C}$ 的聚合热板的中心圆内,用钢刮刀(与聚合热板同时预热)铺平。当树脂全部熔化时开始计时,同时用钢刮刀不断搅动按压并保持样品在聚合热板中心圆内处于平摊状态(搅拌频率宜保持 1 次/s);待树脂黏度增大后,搅拌的同时向上拉丝(拉丝频率宜保持 2 次/s),直至拉不成丝,立即停止计时,记录所需时间。

B.5 结果计算

两次平行测定值的绝对差值应不大于 5s,取其平均值为测定结果。

中华人民共和国黑色冶金
行业 标 准
耐火材料用酚醛树脂

YB/T 4131—2014

*

冶金工业出版社出版发行
北京北河沿大街嵩祝院北巷 39 号
邮政编码:100009

北京七彩京通数码快印有限公司印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 22 千字
2014 年 9 月第一版 2014 年 9 月第一次印刷

*

统一书号:155024·0579 定价:30.00 元