

C I E S C

团 体 标 准

T/CIESC XXXX-XXXX

聚乙烯醇缩丁醛树脂粉

Polyvinyl butyral resin powder

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国化工学会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

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专利的责任。

本文件由中国化工学会提出并归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

聚乙烯醇缩丁醛树脂粉

警示——本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了聚乙烯醇缩丁醛树脂粉的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于以聚乙烯醇和正丁醛为原料，经缩合反应制得的聚乙烯醇缩丁醛树脂粉，可用于汽车、建筑及光伏行业。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 191 包装储运图示标志
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 1723-1993 涂料粘度测定法
- GB/T 2410 透明塑料透光率和雾度的测定
- GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法（Hazen单位—铂-钴色号）
- GB/T 3682.1-2018 塑料 热塑性塑料熔体质量流动速率（MFR）和熔体体积流动速率（MVR）的测定 第1部分：标准方法
- GB/T 4456 包装用聚乙烯吹塑薄膜
- GB/T 6284 化工产品中水分测定的通用方法 干燥减量法
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数字修约规则与极限数值表示和判断
- GB/T 10454 集装袋
- GB 11614 平板玻璃
- GB/T 23771 无机化工产品中堆积密度的测定
- GB/T 39822 塑料 黄色指数及其变化值的测定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 外观

各级聚乙烯醇缩丁醛树脂粉产品外观均应为白色粉末，无可见杂质。

4.2 技术要求

聚乙烯醇缩丁醛树脂粉的技术指标应符合表1的规定。

表1 聚乙烯醇缩丁醛树脂粉的技术指标

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
羟基含量, w/%	18.5±1.0	18.5±1.0	18.5±1.5
水分, w/% ≤	2		
粘度 (s)	80~100	70~100	65~105
雾度, % ≤	0.6		
透光率, % ≥	89	85	85
熔体质量流动速率 (g/10min)	4~8	4~8	3.5~8.5
堆积密度 (g/cm ³) ≥	0.16	0.15	0.14
黄色指数 ≤	1.2		

5 试验方法

警示——试验方法规定的一些过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和防护措施。

5.1 一般规定

除非另有规定, 本文件所用的试剂和水, 均指分析纯试剂和符合GB/T 6682规定的三级水。本文件所用标准滴定溶液、制剂及制品在没有注明其他要求时, 均按照GB/T 601、GB/T 603的规定制备。

5.2 外观

取30 g试样, 置于50 mL烧杯中, 在日光灯或自然光下目测观察。

5.3 羟基含量

5.3.1 方法提要

在催化剂吡啶的存在下, 乙酸酐与PVB分子链上的羟基(-OH)反应, 生成乙酸酯和乙酸。再用水水解过量乙酸酐。以酚酞为指示液, 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定反应生成的总乙酸量(包括反应产生的乙酸和水解产生的乙酸)。同时, 进行空白试验(不加试样, 其余步骤完全相同), 通过试样滴定与空白滴定的差值, 即可计算出与羟基反应的乙酸酐量, 从而计算出试样中的羟基含量。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 乙酸酐: 分析纯。

5.3.2.2 吡啶: 用GB/T 3143规定的方法测定颜色, 其色度不超过110 Hazen单位。

5.3.2.3 乙酸酐-吡啶溶液: 将1体积的乙酸酐(5.3.2.1)和9体积的吡啶(5.3.2.2)混合后, 存放在具有磨口塞的棕色玻璃瓶中, 用GB/T 3143规定的方法测定颜色, 其色度不超过110 Hazen单位。

5.3.2.4 1,2-二氯乙烷: 分析纯。

5.3.2.5 酚酞指示液: 10 g/L。

5.3.2.6 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) = 0.5 \text{ mol/L}$ 。

5.3.3 仪器和设备

5.3.3.1 碱式滴定管：50 mL，分度值为 0.1 mL。

5.3.3.2 分析天平：感量为 0.0001 g。

5.3.3.3 磨口三角烧瓶：250 mL。

5.3.3.4 单刻度移液管：10 mL。

5.3.3.5 冷凝管：长度为 400 mm。

5.3.4 测定步骤

称取约 1 g（精确至 0.0001 g）试样置于三角烧瓶内，移取 10 mL 乙酸酐-吡啶溶液（5.3.2.3），加入三角烧瓶内，轻轻摇匀。接上冷凝管放入水浴中，96 °C±1 °C 加热回流 3 h。用 25 mL 1,2-二氯乙烷（5.3.2.4）和 25 mL 水冲洗冷凝管及三角瓶口，摇匀加盖静置 1 h。加入 3 滴酚酞指示液（5.3.2.5），用氢氧化钠标准滴定溶液（5.3.2.6）滴定至溶液为粉红色，并维持 15s 不褪色即为终点。用相同试剂加 2 滴~3 滴水代替试样进行空白试验。

5.3.5 结果计算

试样中羟基含量 w_1 ，以%（质量分数）表示，按式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(V_0 - V) \times c \times 0.044}{m \times (100 - H) / 100} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V_0 —— 滴定空白消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V —— 滴定试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

C —— 氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

m —— 试样的质量，单位为克（g）；

H —— 试样的水分，%；

0.044 —— 与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液相当的以克表示的乙烯醇单元链接的质量。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.1%。

5.4 水分

按 GB/T 6284 的规定进行测定。

5.5 粘度

5.5.1 制样

称取 15 g（精确至 0.001 g）试样和 135 g（精确至 0.01 g）95%乙醇，将试样溶解于乙醇，制得单一均匀液相的流体备用。

5.5.2 检测

按 GB/T 1723-1993 中 5.2 的规定进行测定。

5.6 雾度、透光率

5.6.1 制样

取约 5g（精确至 0.001g）试样，置于 50 mm×50 mm 的两片 2 mm 厚的透明浮法玻璃之间（玻璃应满足 GB 11614 的要求），放在真空干燥箱或类似的设备内加热制成透明夹层玻璃，单试样厚度控制在 1.1 mm ± 0.2 mm。

5.6.2 检测

按 GB/T 2410 的规定进行测定。

5.7 熔体质量流动速率

按 GB/T 3682.1-2018 中第 8 节规定的方法进行测定。

5.8 堆积密度

按 GB/T 23771 的规定进行测定。

5.9 黄色指数

5.9.1 制样

取 5 g (精确至 0.001 g) 试样, 置于规格 50 mm×60 mm 的两片 2 mm 厚的透明浮法玻璃之间 (玻璃应满足 GB 11614 的标准), 放在真空干燥箱或类似的设备内加热制成透明夹层玻璃, 单试样厚度控制在 $1.1\text{ mm} \pm 0.2\text{ mm}$ 。

5.9.2 检测

按 GB/T 39822 的规定进行测定。

6 检验规则

6.1 出厂检验

本文件第 4 章规定的项目均为出厂检验项目, 出厂检验每批进行一次。

6.2 组批

在原材料、工艺不变的条件下, 同一成品罐生产的产品为一批。

6.3 采样

采样应按 GB/T 6678、GB/T 6679 的规定进行。总量不超过 1000 g, 试样混匀后等量分成两份, 分别保存在两个洁净、干燥的自封袋中。试样密封, 粘贴标签, 注明名称、等级、批号和取样日期, 一份由质量检验部门检验, 另一份保存备查。

6.4 判定

检验结果的判定采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法进行。检验结果全部符合本文件的技术要求时, 则判定该批产品合格。检验结果中, 如有一项指标不符合本文件要求时, 应重新加倍取样进行复验。复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求, 则判该批产品为不合格。

7 标志、包装、运输与贮存

7.1 标志

产品包装桶外应有牢固的标志¹⁾, 内容包括: 生产厂家名称、厂址、产品名称、批号、净含量、本文件编号等内容, 并符合 GB/T 191 的规定。

7.2 包装

产品应采用符合 GB/T 10454 和 GB/T 4456 要求的集装袋及 PE 袋进行包装, 每袋净重 250 kg; 或在符合安全要求的条件下, 根据客户的要求进行包装。

每批出厂的产品应附有一定格式的质量证明书, 内容包括: 生产厂家名称、产品名称、批号、检验日期、产品净含量、产品质量检验结果或检验结论、本文件编号。

1) 聚乙烯醇缩丁醛树脂粉安全信息的内容参见附录 A。

7.3 运输

搬运时应轻装轻卸，防止包装容器损坏，并禁止与强氧化剂、强酸、强碱、食用化学品等物品混装。运输过程中应防止雨淋、防火和防止静电产生火花，远离高温区域。

7.4 贮存

产品在贮存过程中应避免阳光直射，远离热源、火源。贮存于阴凉、通风、干燥处，应与氧化剂、酸类、碱类分开存放。产品自生产之日起，贮存期为 2 年。

附录 A
(资料性)
安全信息

- A.1 聚乙烯醇缩丁醛树脂为白色粉末状，无毒。接触本品可能造成皮肤过敏反应。在包装、采样、使用时，操作者应遵守一般安全预防措施，佩戴好安全防护用具。
- A.2 如皮肤接触，脱去污染的衣着，用清水冲洗干净粘在皮肤上的粉末；如眼睛接触，立即提起眼睑，用大量流动的清水或生理盐水冲洗至少 15min，并就医。
- A.3 若发生燃烧，应采用干粉、泡沫、雾状水、二氧化碳灭火。

本标准版权归中国化工学会所有。除了用于国家法律或事先得到
中国化工学会文字上的许可外，不许以任何形式复制该标准。
中国化工学会地址：北京市朝阳区安定路 33 号化信大厦 B 座 7 层
邮政编码：100029 电话：010-64455951 传真：010-64411194
网址：www.ciesc.cn