

T/CIEP

团 体 标 准

T/CIEP 013-2022

PMDA-ODA 型聚酰亚胺树脂溶液

PMDA-ODA Polyimide resin solution

2022 - 06 - 28 发布

2022 - 07 - 30 实施

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。

本文件由中国工业环保促进会提出。

本文件由中国工业环保促进会归口。

本文件起草单位：南通汇顺化工有限公司、长春高琦聚酰亚胺材料有限公司、南通百川新材料股份有限公司、河北海力香料股份有限公司、中国工业环保促进会。

本文件主要起草人：郭君华、郑玉龙、许杨、靳野、张海洋、吕坚、周国君、张云堂、李文革、闫卫涛、李小平、杨斌。

PMDA-ODA 型聚酰亚胺树脂溶液

1 范围

本文件规定了PMDA-ODA型聚酰亚胺树脂溶液（以下简称“产品”）的要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于均苯四甲酸二酐（PMDA）、4,4'-二氨基二苯醚（ODA）、有机溶剂为主要原料制得的聚酰亚胺树脂溶液。

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 6678 化工产品采样总则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6753.4 色漆和清漆 用流出杯测定流出时间

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

PMDA-ODA型聚酰亚胺树脂溶液按照粘度范围分为I型和II型，其具体的技术要求应符合表1的规定。

表1 要求

项目	指标	
	I 型	II 型
外观	黄色或棕黄色透明液体	
^a 旋转式粘度 (25℃) / mPa·s	10000~300000	-
锥板粘度 (25℃) / mPa·s	-	60~120
4号粘度杯粘度 (23℃~25℃) / (min/100mL)	16~30	-
^b 固体含量 / %	10~30	
注：可以根据供需双方协商选取一种或几种粘度测试方法。		
^a 其他范围的粘度由供需双方协商确定		
^b 其他范围的固体含量由供需双方协商确定		

5 试验方法

警告：本文件的使用人员应熟悉实验室的安全规定，使用者有责任建立适应的安全和健康措施，确保符合国家的相关规定。

5.1 外观

将PMDA-ODA型聚酰亚胺树脂溶液倒入干燥洁净的无色透明玻璃试管中，静置至无气泡。在白昼散色光下目测。

5.2 旋转式粘度的测定

5.2.1 仪器与材料

5.2.1.1 旋转式粘度计：模拟指针旋转式粘度计。

注1：经双方协商同意，也可采用其他旋转式粘度计，如数字旋转式粘度计、锥板粘度计。

5.2.1.2 恒温水浴：控制精度为 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。

5.2.1.3 温度计：测量范围 $0^{\circ}\text{C}\sim 50^{\circ}\text{C}$ ，精确至 0.2°C 。

5.2.1.4 容器：应符合粘度计的要求。

5.2.1.5 秒表：精确至 0.2s 。

5.2.2 实验步骤

5.2.2.1 旋转式粘度计的转子及转速，应考虑待测产品的粘度值、要求的准确度和流体梯度，使得测定读数落在满刻度值的45%~90%范围内。

5.2.2.2 将不含有气泡的试样装入容器中，将温度调节至 $(25\pm 0.5)^{\circ}\text{C}$ 或供需双方协商确定的其他温度，然后把容器放入恒温水浴（或将试样倒入粘度计的测定容器）中，水浴面应比试样面略高。

5.2.2.3 将粘度计转子垂直浸入试样中心，浸入深度应符合粘度计的规定，与此同时开始计时。

5.2.2.4 在整个测定过程中，应将试样温度控制在测试温度范围之内，当转子浸入试样中心达15min以上时，开动电动机，转子旋转2min后读数，读数后关闭电动机，停留1min后再开动电动机，旋转1min后开始第二次读数。

5.2.3 结果计算

粘度 n 按式（1）计算：

$$n = ka \dots\dots\dots (1)$$

式中：

n ——粘度，单位为毫帕秒（ $\text{mPa}\cdot\text{s}$ ）；

k ——因数，由粘度计制造厂根据转子和转速确定提供；

a ——指针所指读数（取两次读数的算术平均值）。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次测定值的绝对差值应不大于平均值的5%。

5.3 锥板粘度的测定

按照本文件5.2的要求进行测定。

5.4 4号粘度杯粘度的测定

5.4.1 仪器

5.4.1.1 符合GB/T 6753.4规定的4号杯式粘度计。

5.4.1.2 烧杯：容量不少于 110mL。

5.4.1.3 温度计：测量范围 0℃~50℃，精确至 0.2℃。

5.4.1.4 秒表：精确至 0.2s。

5.4.2 实验步骤

5.4.2.1 测定前应将粘度计的内部及滤嘴擦拭干净，并干燥。

5.4.2.2 将试样和粘度杯的温度调节至 23℃~25℃。调整粘度计支架螺丝钉，使粘度杯体上缘平面处于水平位置，在粘度计下面放置容量不小于 110mL 的烧杯，烧杯与流出空距离不小于 100mm。堵住滤嘴，将达到规定温度的 100mL 试样缓慢倒入粘度杯中。如产生气泡，应使其浮至表面并去除。用玻璃杯将多余试样倒入槽中。然后迅速移开堵漏嘴的工具，同时启动秒表，当试样流体中断时，停止秒表，记录试样从粘度计流出的时间 (min)，精确至 0.1 min。

5.4.3 允许误差

取两次测定的平均值为实验结果，两个测定值之间的差值应不大于平均值的 5%。

5.5 固体含量的测定

5.5.1 仪器与材料

5.5.1.1 带强制通风装置烘箱：最高温度不小于 250℃，温度偏差为 ±3℃。

5.5.1.2 金属或玻璃材质的平底皿：内径 (60±5) mm，边缘高不小于 5 mm。

5.5.1.3 分析天平：分度值 0.0001g。

5.5.1.4 干燥器：装有适量的干燥剂。

5.5.2 实验步骤

平底皿预先在 135℃ 烘箱中预热 30min，于干燥器中冷却至室温后称量其质量 (m)。在平底皿内加入 10g 样品，使其平铺在皿底，称量样品和平底皿的总质量 (m_1)。称量完毕后将装有样品的平底皿水平放置在预先设定好温度的烘箱内，加热时间 30min。加热结束后取出平底皿将其转移至干燥器内冷却至室温，称量其质量 (m_2)。

5.5.3 结果计算

固体含量 ω ，按式 (2) 计算：

$$\omega = \frac{m_1 - m}{m_2 - m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ω ——固体所占的质量份数，以百分数表示 (%)；

m ——平底皿的质量，单位为克 (g)；

m_1 ——加热前样品与平底皿的质量，单位为克 (g)；

m_2 ——加热后样品与平底皿质量，单位为克 (g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，计算结果保留到小数点后一位，两个测定值之间的差值应不大于 2%。

6 检验规则

6.1 出厂检验

本文件表 1 中的全部项目为出厂检验项目。

产品需经生产厂质量检验部门检验合格并签发合格证后方可出厂。

6.2 组批

以同等质量的均匀产品为一批，或以一储槽、一釜的产品为一批。

6.3 采样

按 GB/T 6678、GB/T 6680 的规定确定采样单元数和采样方法。所采样品混匀后分别装于两个洁净干燥的样品瓶中，密封后贴上标签，标签上注明：产品名称、采样日期、批号、采样人姓名等，一瓶作为检验用样品，另一瓶保存六个月备查。

6.4 判定

检验结果的判定采用GB/T 8170修约值比较法进行。检验结果中若有任意一项指标不符合本文件要求时，则应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求，则整批产品为不合格。

6.5 不合格批次产品的处理

不合格产品，根据检测结果，返回上一工序重新精制。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

产品包装上应按照GB/T 191 的有关规定粘贴明显、清晰、牢固的标志，内容包括：生产厂名称、地址、产品名称、批号、净含量。包装好的产品应附有一定格式的质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、商标、净重、固体含量、粘度、批号或者生产日期及本文件编号。

7.2 包装

产品使用清洁、干燥的复合式中型散装容器，净重1000kg，或不锈钢桶包装，每桶净重200kg。或按照客户要求包装。

7.3 运输

产品运输过程应避免日晒雨淋、防火、防潮。

7.4 贮存

产品贮存在清洁、干燥、通风的场所，避免日晒雨淋，注意防火。