

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 28032—2011

## 静电成像墨粉用树脂

The copolymer used to toner for electrostatic copier

2011-10-31 发布

2012-02-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会

发布

## 前 言

本标准由中国机械工业联合会提出。

本标准由全国复印机械标准化技术委员会(SAC/TC 147)归口。

本标准起草单位:天津市合成材料工业研究所、机械工业办公自动化设备检验所、无锡佳腾磁性粉有限公司、武汉格润化工有限公司、天津复印技术研究所。

本标准主要起草人:王雪辉、刘慧玲、周学良、王虎彪、苏来泉。

# 静电成像墨粉用树脂

## 1 范围

本标准规定了静电成像墨粉用树脂(以下简称树脂)的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于由苯乙烯和丙烯酸酯类及其他单体经聚合制得的静电成像墨粉用树脂。

## 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 601—2002 化学试剂标准滴定溶液的制备

HG/T 3872—2006 体积排斥色谱法测定聚苯乙烯标准样品的平均分子量及分布

JB/T 8262.1—1999 静电复印干式色调剂结块温度试验方法

## 3 术语

下列术语和定义适用于本标准。

### 3.1

**玻璃化温度** *glasstransition temperature*

无定形或半结晶聚合物从黏流态或高弹态(橡胶态)向玻璃态转变(或相反的转变)称为玻璃化转变,它所对应的转变温度即是玻璃化转变温度,简称玻璃化温度。

### 3.2

**软化温度** *softening temperture*

树脂发生软化变形时的温度。

### 3.3

**挥发分** *volatile content*

树脂内含有的易挥发性物质的量。

### 3.4

**熔融指数** *melt index*

在一定的温度和负荷下,聚合物熔体每 10 min 通过规定的标准口模的质量。

### 3.5

**特性黏度** *character viscosity*

又称极限黏度,无限稀释时黏度或对数黏度的极限值。

### 3.6

**残留单体** *residual monomer content*

树脂中残留的未反应的单体。

### 3.7

**酸值** *acid value*

中和每 1 g 树脂含有的有机酸所消耗的氢氧化钾毫克数。

## 3.8

## 不溶物含量 gel content

树脂中不溶于特定溶剂部分的含量。

## 4 要求

共聚树脂的技术指标应符合表 1 的规定。

表 1 树脂技术指标

序号	项 目		指 标
1	外观		白色或浅黄色粉末
2	熔融指数/(g/10 min)		企业自定
3	玻璃化温度/°C		企业自定,偏差小于±2 °C
4	软化温度	$T_{fb}/^{\circ}\text{C}$	企业自定,偏差小于±2 °C
		$T_{1/2}/^{\circ}\text{C}$	企业自定,偏差小于±2 °C
5	分子量分布	$M_n$	企业自定
		$M_w$	企业自定
		$M_w/M_n$	企业自定
6	特性黏度/(g/dl)		企业自定
7	挥发分/%		<0.3
8	残留单体		<100 ppm
9	结块性(50 °C, 24 h)		无结块
10	酸值(KOHmg/g)		企业自定
11	不溶物含量/%		企业自定

## 5 试验方法

## 5.1 试验条件

温度:18 °C~28 °C;

相对湿度:RH 40%~60%。

## 5.2 外观

采用目测法。

## 5.3 熔融指数

## 5.3.1 仪器

熔融指数测定仪:

出料口直径: $\Phi 2.095 \text{ mm} \pm 0.005 \text{ mm}$ ;

出料口长度: $8.000 \text{ mm} \pm 0.025 \text{ mm}$ ;

料筒内径: $\Phi 9.550 \text{ mm} \pm 0.025 \text{ mm}$ ;

料筒长度:160 mm。

### 5.3.2 温度校正

仪器在固定温度使用时,至少每天测试前校正一次,每当变换温度时也必须进行校正。先打开仪器电源开关,观察温度数字显示达到设定温度,同时把校正温度计插入料筒预热至相同温度。在至少 4 min 后,以测出的两个温度读数之差来校正。

### 5.3.3 测定步骤

- a) 测试温度  $125\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$  或  $150\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 负荷 2 160 g、5 kg 或 10 kg。
- b) 将熔融指数仪调至水平,升温至规定温度,恒定温度使波动小于  $0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- c) 称取试样 3.0 g~8.0 g(准确至 0.1 g)加入到熔融指数仪的料筒中。用加料棒将试样压实,然后将活塞插入料筒中,并压上与总负荷相对应的砝码。
- d) 1.5 min 后将砝码拿下,预热 4 min,再将此砝码压上。待活塞下降至下环形标记与料筒口相平时,用镊子夹除已流出的样条,并开始记时。当活塞下降到上环形标记和料筒口相平时,用镊子夹取已流出的样条,并停止记时,记录流出时间。
- e) 样条冷却后,置于天平上称重(准确至 0.001 g)。

### 5.3.4 计算

$$MI = \frac{10 \times W}{t}$$

式中:

$MI$ ——熔融指数, g/10 min;

$W$ ——样条流出的重量, g;

$t$ ——样条流出的时间, min。

## 5.4 玻璃化温度

### 5.4.1 仪器与试剂

差示扫描量热仪 DSC:

温度范围:室温至  $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ (可空气冷却),温度准确度:  $\pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,温度精度:  $\pm 0.05\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;

测量范围:  $\pm 350\text{ mW}$ ( $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ),  $\pm 200\text{ mW}$ ( $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ );

量热灵敏度:  $1.0\text{ }\mu\text{W}$ ,量热准确度: 1%,量热精度: 0.1%。

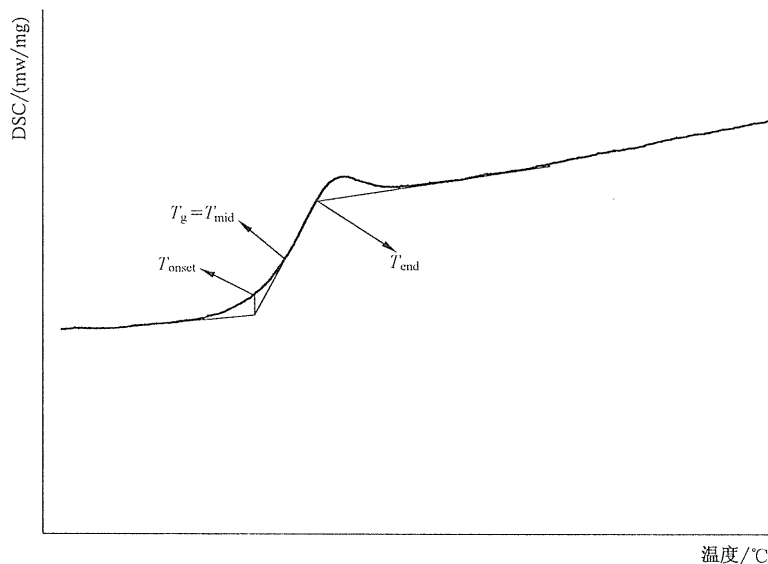
分析天平:分度值 0.1 mg。

### 5.4.2 测定步骤

将试样 10 mg(准确至 0.2 mg)、参比物  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  12 mg(准确至 0.2 mg)分别置于试样坩锅和参比坩锅。然后将两个坩锅分别平稳地置于差示扫描量热仪各自的托盘上,记录仪选择适宜的  $x$  轴(温度)和  $y$  轴(热流)灵敏度,以  $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  的升温速度加热,记录加热谱图。当温度升至  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$  时停止加热。

### 5.4.3 玻璃化温度的取值

玻璃化温度  $T_g$  由温度-热流曲线作切线求得,见图 1。

图 1 玻璃化温度  $T_g$  示意图

## 5.5 软化温度

### 5.5.1 仪器

毛细管流变仪:

温度范围:室温至 400 °C(精度:±1 °C),升温速度:(0.5~6)°C/min;

测量精度:±0.5 °C,分辨率:0.1 °C;

挤出压力:1~50 MPa(精度±1%);

位移测量:0~200 mm,分辨率:0.01 mm;

料筒长度:20 mm;

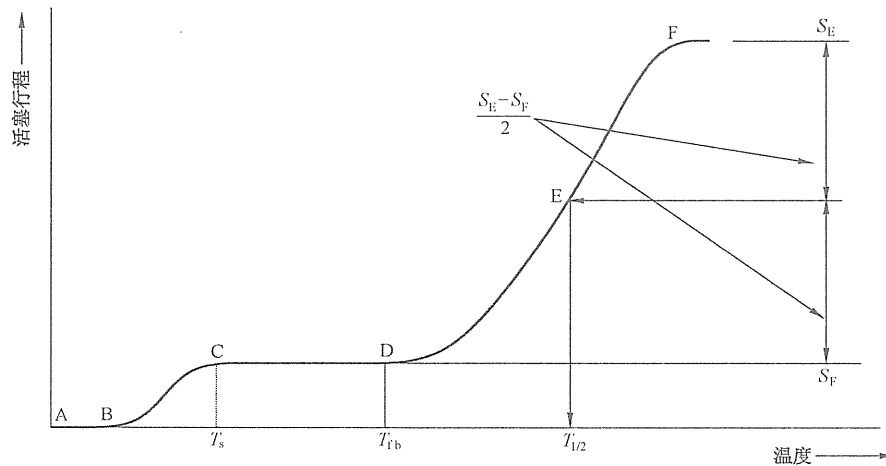
塞头直径: $\Phi 11.28^{-0.05}$  mm;

塞头面积:1 cm<sup>2</sup>;

出料口规格: $\Phi 1 \times 10$  mm。

### 5.5.2 测定步骤

- 开启流变仪,将仪器工作温度设定为 30 °C,使仪器温度恒定。
- 设置测试条件:初始温度 30 °C,负荷 200 N,升温速率 6 °C/min,试验速度 20 mm/min,测试速度 10 mm/min,恒温时间 10 min,加压时间 7 min。
- 称取试样 1.0 g(准确至 0.001 g)加入到流变仪的料筒中。
- 通过软件操作开始测试,仪器自动记录整个试验过程温度变化与活塞位移的关系,绘出温度-活塞位移曲线图。
- 当料样全部流出后,测试结束,根据温度-活塞位移曲线图读取数据。

5.5.3  $T_{fb}$  和  $T_{1/2}$  的取值(见图 2)

- 图中 AB——预热阶段；  
 BC——软化区域；  
 CD——停止区域；  
 DEF——流出区域；  
 $T_{fb}$ ——流出开始温度；  
 $S_E - S_F$ ——整个流动过程活塞移动的垂直距离；  
 $T_{1/2}$ —— $S_E - S_F$  的 1/2 处所对应的温度。

图 2  $T_{fb}$  和  $T_{1/2}$  的取值示意图

## 5.6 分子量分布

按 HG/T 3872—2006 的规定进行测定。

## 5.7 特性黏度

## 5.7.1 仪器和试剂

- ubbelohde 式黏度计；  
 恒温水槽(温度应控制在  $\pm 0.05\text{ }^\circ\text{C}$  以内)；  
 秒表(精确到 0.1 s)；  
 容量瓶(25 mL)；  
 注射器；  
 $0\sim 50\text{ }^\circ\text{C}$  温度计(精确到  $0.1\text{ }^\circ\text{C}$ )；  
 耐酸过滤漏斗(G-2)；  
 N,N-二甲基甲酰胺(试剂)；  
 丙酮(试剂)。

## 5.7.2 测定步骤

## a) 配制树脂溶液

用分析天平准确称取  $0.15\text{ g}\sim 0.2\text{ g}$  样品(准确至  $0.0002\text{ g}$ )，放入 25 mL 容量瓶内，先注入 20 mL 左右 N,N-二甲基甲酰胺，摇动待样品全部溶解后，放在预先恒温至  $25\text{ }^\circ\text{C}\pm 0.1\text{ }^\circ\text{C}$  的恒温水槽中恒温，补加 N,N-二甲基甲酰胺至容量瓶刻度。

b) 测定溶剂(N,N-二甲基甲酰胺)的流出时间( $t_0$ )

待恒温水槽达到  $25\text{ }^\circ\text{C}\pm 0.1\text{ }^\circ\text{C}$  后，垂直放入黏度计，使水面完全浸没 G 球，然后通过 G-2 耐酸玻璃过滤漏斗，自 A 管注入 20 mL 左右溶剂，恒温 15 min，紧闭 C 管上连接的橡皮管，同时在 B 管上连接的橡皮管接上注射器慢慢抽气，待黏度计溶液在 B 管内升高到 G 球的一半，即行停止抽气，并将两个橡皮

管都放开,用秒表测定液面经过 a 线及 b 线所需的时间,重复这一操作至少三次,每次的流出时间不应相差在 0.2 s 以上,取平均值。

c) 测定树脂溶液的流出时间( $t$ )

待溶剂的流出时间测好后,将黏度计自恒温水槽中取出,倒出溶剂,烘干后,将预先在恒温水槽中恒温的待测溶液通过 G-2 漏斗注入黏度计中,然后按步骤 b) 测定树脂溶液的流出时间,测定后将溶液倒出,用 G-2 漏斗向黏度计中注入 20 mL 左右丙酮洗涤烘干。

d) 每个样品进行两次平行测定,取平均值。

### 5.7.3 计算

$$[\eta] = \frac{\sqrt{2(\ln\eta_{sp} - \eta_r)}}{m \times 4}$$

式中: $\eta_r = t/t_0$ ;

$$\eta_{sp} = \eta_r - 1;$$

$m$ ——样品质量, g。

## 5.8 挥发分

### 5.8.1 仪器

电热鼓风干燥箱:灵敏度控制在 $\pm 1^\circ\text{C}$ ;

干燥器:内盛适当的干燥剂(如硅胶);

称量瓶: $\phi 60$  mm。

### 5.8.2 测定步骤

a) 将干净的称量瓶打开盖子,置于 $150^\circ\text{C}$ 的干燥箱中,烘干 2 h 后,盖上瓶盖,取出称量瓶,置于干燥器内,冷却至室温,称量。再烘 1 h,按上述操作,冷却相同时间,称量。直至恒重,即两次称量结果之差不大于 0.002 g,记录数据。

b) 称取 5.0 g(精确至 0.001 g)试样置于已恒重的称量瓶中,使之均匀分布在称量瓶底部,将其盖子打开,置于 $150^\circ\text{C}$ 的干燥箱中,重复步骤 a) 的操作,记录数据。

c) 每个样品进行两次平行测定,取平均值。

### 5.8.3 计算

$$\text{挥发分} = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\%$$

式中:

$m_1$ ——称量瓶加样品在干燥前质量, g;

$m_2$ ——称量瓶加样品在干燥后质量, g;

$m$ ——试样质量, g。

## 5.9 残留单体

### 5.9.1 待测溶液的制备

a) 仪器:脂肪萃取器,恒温水浴。

b) 溶剂:甲醇。

c) 操作步骤:

称取 5.0 g~7.0 g 样品(准确至 0.000 1 g),加到用定量滤纸做成的圆筒中,并置于脂肪萃取器中。量取 100 g 甲醇倒入脂肪萃取器下部的抽取瓶中,置于恒温水浴槽上,升温使甲醇回流,持续 8 h,冷却、留取抽取瓶中的萃取剂(甲醇)做为待测溶液。

d) 待测溶液的存放:待测溶液储于抽取瓶中,并用磨口塞盖上置于干燥处。

### 5.9.2 气相色谱法测定

a) 气相色谱仪。



- b) 载气:氮气、氢气、空气。
- c) 条件:  
 汽化室温度:300℃;  
 柱室温度:80℃~150℃;  
 固定液:聚乙二醇,分子量2万;  
 担体:上试101白色担体(80~100目);  
 色谱柱:3m长不锈钢柱,内径为4mm;  
 载气流速: $N_2$ :60 mL/min,  $H_2$ :60 mL/min, air:500 mL/min。
- d) 定量方法:内标法。
- e) 内标物:正癸烷(色谱纯)。
- f) 校正因子:苯乙烯:0.95,丙烯酸正丁脂:1.59。
- g) 操作步骤:  
 称取待测溶液0.5g(准确至0.0001g),放于5mL磨口三角瓶中,并称取0.1g(准确至0.0001g)内标物(正癸烷),使之混合均匀,准备测定。

对气相色谱仪,通氮气20min,接通电源,预热仪器,将汽化室温度升到300℃后,通氢气点火,升柱室温度到150℃通空气,使基线走稳且直,冷却柱温到80℃,把待测样品,用10μL注射器,从进样口进样0.2μL,并打开记录仪,待苯乙烯、丙烯酸正丁脂峰出现后,升温到150℃,除去残留物,冷却到80℃准备第二次进样。

### 5.9.3 结果与计算

- a) 根据色谱各组分面积,计算各组分含量。

$$P_i\% = (A_i \times f_i \times W_s) / (W_i \times A_s) \times 100\%$$

式中:

- $P_i$ ——为待测组分的百分含量;  
 $A_i$ ——为待测组分的峰面积;  
 $A_s$ ——为内标物的峰面积;  
 $f_i$ ——为待测组分的校正因子;  
 $W_i$ ——为待测组分的称样量(待测溶液);  
 $W_s$ ——为内标物的称样量。

- b) 树脂中残留单体的计算:

$$\text{残留单体的含量} = (P_{i1}\% + P_{i2}\%) \times G_1/G \times 100\%$$

式中:

- $P_{i1}, P_{i2}$ ——为两种待测组分的色谱测定的百分含量;  
 $G_1$ ——为处理样的甲醇用量,g;  
 $G$ ——为萃取时的样品称重,g。

### 5.10 结块性

在50℃下,按JB/T 8262.1—1999规定的方法进行检测。

### 5.11 酸值

#### 5.11.1 仪器和试剂

- a) 仪器:碱式滴定管、250mL锥形瓶、1000mL容量瓶。  
 b) 试剂:

混合溶剂:甲苯和无水乙醇以体积比1:1或1:2混合。

0.1mol/L KOH-乙醇标准溶液:称取分析纯KOH 5.611g,溶于100mL已去除二氧化碳的蒸馏水中,移入1000mL容量瓶中用95%乙醇稀释至刻度,按GB/T 601—2002进行标定。

1%乙醇酚酞指示剂:称取1g酚酞,使之溶于95%乙醇溶液100mL中。

### 5.11.2 测定步骤

称取样品1.0g~1.5g(准确至0.0001g)放置于250mL锥形瓶中,加入100mL混合溶剂。待样品完全溶解后,加入3~5滴酚酞指示剂,用0.1mol/L KOH-乙醇标准溶液滴定,至粉红色30s不褪色,即为终点。同时做空白试验。

每个样品进行两次平行测定,取平均值。

### 5.11.3 计算

根据消耗0.1mol/L KOH-乙醇标准溶液的体积计算树脂的酸值。

$$A = \frac{56.11 \times N \times (V - V_0)}{W}$$

式中:

A——酸值,mg/g;

N——0.1mol/L KOH-乙醇标准溶液的浓度;

V——消耗0.1mol/L KOH-乙醇标准溶液的体积,mL;

$V_0$ ——空白试验消耗0.1mol/L KOH-乙醇标准溶液的体积,mL;

W——样品称样量,g;

56.11——KOH的克当量数。

## 5.12 不溶物含量

### 5.12.1 仪器和试剂

a) 仪器:恒温水浴、脂肪萃取器、 $\Phi 12.5$ cm的定量滤纸、电子天平(精度为0.1mg)、真空干燥箱、水银温度计(量程:0~100℃,温度波动 $\pm 1$ ℃)、150mL量筒。

b) 试剂:三氯甲烷(Tch)分析纯。

### 5.12.2 测定步骤

将滤纸圈成直径约为1.5cm~2cm且一端敞开的纸筒,称出纸筒重量 $W_p$ (精确到0.1mg),然后取约1.0g~1.5g的树脂,放于纸筒中,称出其重量为 $W_{p+s}$ (精确到0.1mg),然后将纸筒放入脂肪萃取器中,向烧瓶中加入100mL的三氯甲烷,然后装好装置,加热水浴至78℃左右,打开冷凝水,使之回流15h,将回流后的纸筒放入真空干燥箱中,待真空干燥(50℃左右)至恒重时,取出,称其重量为 $W_a$ (精确到0.1mg)。回流过的三氯甲烷可以经过蒸馏回收再用。每个样品进行两次平行测定,取平均值。

### 5.12.3 计算

$$\text{Tch-in}\% = \frac{W_a - W_p}{W_{p+s} - W_p} \times 100\%$$

## 6 检验规则

### 6.1 抽样

按5%包装件取样。取样量总共不少于500g。

### 6.2 验收规则

#### 6.2.1 型式检验

按本标准要求的全部项目进行检验。

#### 6.2.2 交收检验

合同约定的检验项目。

### 6.3 判定规则

检验结果全部合格则判定该批产品合格。

## 7 标志、包装、运输和贮存

### 7.1 标志

产品标志应清晰、牢固,内容包括:产品名称、批号、生产日期、执行标准号、企业名称和地址、净含量等。

产品应附有合格证明。

### 7.2 包装

内包装为塑料袋,外包装为牛皮纸袋或编织袋。

### 7.3 运输

按一般化学品运输。

### 7.4 贮存

贮存在通风、干燥的环境里并且远离热源。

---

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
静 电 成 像 墨 粉 用 树 脂  
GB/T 28032—2011

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)  
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235  
读者服务部:(010)68523946

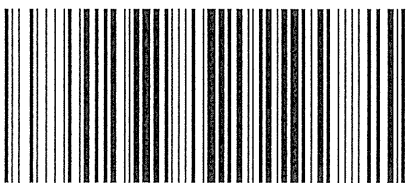
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 18 千字  
2012年2月第一版 2012年2月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-44271



GB/T 28032—2011

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107