

美国标准ASTM—D2856

用空气密度仪测定硬质泡沫塑料开孔泡室百分含量的标准方法

1. 范围

1.1 泡沫塑料是由聚合物构成的膜壁和由膜壁分割成的许多小的空泡室组成。这些小的空泡室有的是相互连通的，即开孔泡室；有的泡室是互不连通的，即封闭孔泡室；也有混合模式的空泡室。本实验方法用以测定开孔泡室的体积值。本方法实际上是一种空隙率的测定，测试塑料材料中可以（空气）进入的开孔泡室体积。材料闭孔泡室所占有的体积包括了聚合物膜壁的体积。因为在切割制备样品时，把部分闭孔泡室割裂成了开孔泡室，因此这部分在制样过程中被割裂的闭孔泡室就算在了开孔泡室中。

1.2 本标准方法包括三个测试方法：

1.2.1 方法 A： 本法对样品制备过程中产生的开孔泡室进行校正，校正方法是测量泡室直径，计算和校正（考虑）表面体积。

1.2.2 方法 B： 本方法的设计也考虑到对样品制备中产生的开孔室体积进行校正，校正方法是通过切割，产生新的暴露面积，并使产生的新表面积等于原来试样的表面积；

1.2.3 方法 C： 本法不对样品制备过程中生成的开孔室进行校正，这个方法对以高开孔室为主的塑料可以得到足够准确的结果，但随着样品的闭合泡室的增加和孔室体积的增大，误差也会加大。

1.3 测定结果数值以国际单位为标准，英制单位的数值做参考。

1.4 本标准未对有关安全和健康的注意事项做详尽说明。用户有责任结合实际制定适当的安全，保健规定，在标准的注 2，注 4 和注 8 中也给出了有关注意事项。

注 1： 本方法和 ISO 4590—1981 的基本原理相同，但是在实验细节上有很大不同。

2. 参考文献

2.1 ASTM 标准

D618 塑料和电绝缘材料测试检验之前进行条件预处理的实用方法

D883 关于塑料的一些术语

D3576 硬质泡沫塑料的泡室大小测定方法

E691 实验室间进行协同实验，研究、测定实验方法精密度的方法

2.2 ISO 标准

ISO 4590-1981 泡沫塑料—硬质泡沫塑料开孔泡室体积和闭孔泡室体积分数的测定方法

3. 术语

3.1 定义：

3.1.1 闭孔泡室—被膜壁完全包围，与其他泡室不相连通的泡室；

3.1.2 标准 D883 中给出的有关塑料的术语，在本标准同样也适用；

3.2 本标准专用的定义：

3.2.1 开孔泡室—没有被膜壁完全包围的泡室，这些开孔泡室与其他泡室是相互连通的。

3.2.2 闭孔泡室的体积—指材料中不与外界相通的内部体积，它包括构成泡室壁和泡沫支架的聚合物体积，填料体积（有时采用固体颗粒，纤维等），单个的闭孔泡室体积，还有通过破裂的泡壁相连通，但是与外界不通的小泡室的组合体的体积之和。

3.2.3 校正的开孔泡室体积—材料内部的孔隙体积（不包括制样生成的表面空隙）。

3.2.4 未校正的开孔室体积—包括材料的内部孔隙体积和样品的被切割的泡室表面的各种不规则的通达外界的孔隙的体积。

3.3 符号

A: 样品的几何表面积, cm^2 ,

h: 样品高度, cm ,

- l: 样品的长度, cm,
- O_c : 开孔室的百分体积,
- t: 泡室大小测定中测得的平均弦长, cm,
- V: 样品的几何体积, cm^3
- V_s : 制备试样时, 由于切割而裂开的表面开孔泡室的体积, cm^3 ,
- V_1 : 试样在密度仪中排代的体积, cm^3 , 即密度仪测定的体积;
- V_2 : 试样经 3 刀切割成 8 块后, 放在密度仪测定的排代体积, cm^3 ,
- w: 样品宽度, cm;

4. 实验方法概述

4.1 本方法是基于空隙率的测定, 在这个方法中, 泡沫塑料的开孔室体积是通过波义尔定律测定的, 波义尔定律的内容是: 一定温度下, 一定量的气体的体积的减少与压力的增加成正比。使用的密度仪有两个等体积的圆柱筒, 在其中一个桶装有可以打开的样品室, 两个圆桶都装有用来改变体积的活塞。当把样品放到样品室后, 通过减小两个圆筒的体积使两桶压力等同增加。与样品室连接的圆筒的体积变化(减小)要比空的参比圆筒的体积变化小, 两者之差对应于样品排代的体积。样品的排代体积与样品几何体积之差就是样品开孔泡室体积。

5. 方法的意义与用途

5.1 本实验方法是用来测定那些空隙率大小对材料的用途有直接影响的泡沫塑料的。例如: 用来作为绝热材料的泡沫塑料, 要求材料有高的闭合泡室体积百分比, 这样一来可以防止气体溢出, 保证材料的低热导性; 作为漂浮材料使用时, 要求材料高闭合泡室体积, 以减少水的吸收。

6. 仪器

6.1 空气密度仪

6.2 切割工具: 用来加工制备实验样品, 如精细带锯, 要求能够切割出光滑的表面。一般需要锯齿间距为 4 个/cm,

6.3 测径仪, 或者精细卡尺, 可以测定样品的尺寸到 1mm。

6.4 单面刮胡刀片, 新的;

7. 空气密度仪的操作原理

注 3: 在本方法中说明了密度仪的“半个大气压”测定法。即使样品只承受半个大气压的压力(0.05Mpa), 这样小的压力下, 绝大多数试样很少发生变形, 而不会被压力破坏, 因而不影响测定; 尽管偶尔出现压力漂移现象, 表明试样中有的泡室破裂, 放出一点气体, 但只是偶尔的情况。

7.1 图 1 示出仪器的两个等体积的圆柱状的气室, 在样品室中没有放入样品。为了保持压力差指示器两边的压力相等, 一个活塞从位置 1 移动一定位置, 另一个活塞必须做等同的位移, 才会保持两边的压力平衡。在样品室 B 中放入体积为 V_x 的样品, 并关闭连通阀的情况下, 把两个活塞都从位置 1 移动到位置 2 时, 两边的压力就不等了, 但是通过把活塞 B 后退到位置 3, 把两边的压力调节相等, 此时的后退距离 d_x 比例于 V_x 。活塞移动的距离以体积 cm^3 标记, 以数字计数器指示移动距离。

8. 采样和实验样品的制备

8.1 实验样品应是长、宽、高各为 2.5cm 的立方体。除非另有约定, 一般至少随机取 5 块试样进行测试。样品如有缺陷, 就不能用于测试。

注 4: 注意, 用方法 A 和 B 时, 采用圆柱状的样品会产生测试误差。

8.2 如何从商品材料中采取样品, 应该由供需双方协商确定。

8.3 从采取样品切割, 加工成试样, 试样的表面应光滑平整。为此, 可以用 0 号或更细的砂纸抛光切割面, 并将表面粘附的粉尘吹净。

9. 试样的预处理

9.1 在标准的实验室温度和湿润度条件下，即 $23\pm 2^{\circ}\text{C}$ 的温度和 $50\pm 5\%$ 的湿度下放置试样 24 小时。

9.2 因为本方法基于非常准确的气体体积测量，因此在整个测试过程中，环境、仪器、样品和样品杯的温度必须保持在某一温度的 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 范围内，湿润度在特定湿度的 $\pm 5\%$ 范围内。

方法 A — 测定样品开孔体积，用泡室尺寸 校正制作样品时由于切割而产生的开孔室体积

10. 测定步骤

10.1 按照附录 A1 的方法校正空气密度仪

10.2 测量并记录试样的长、宽、高尺寸，准确到 0.003cm 。

注 5：有的仪器装配有清洗阀和连通阀，也有的仪器不带清洗阀。如果所使用的仪器没有清洗阀，在以下的测试步骤中，就忽略清洗阀的操作。

10.3 将仪器的连通阀打开，清洗阀关闭，顺时针方向转动参比室活塞的手轮使活塞移动到内止动位置。转动测量室的活塞的手轮，使计数器指示到估测的试样的体积（以 cm^3 为单位）处。

10.4 把试样放到样杯中，用仪器的封闭杠杆将样杯密封。

10.5 反时针方向同时转动两室的活塞手轮，直到参比室活塞到达外停止位置，测量室的手轮指针到达微高于“起始”位置，（每台仪器的“起始”位置数是不同的，由仪器厂家提供）。然后小心地顺时针转动测量室的手轮，使达到“起始”数字处（注 6）。等待 1 分钟，使压力和温度平衡（注 7），然后关闭连通阀。

注 6：为了保证测试的高精度，在细调测量室活塞手轮的“起始”位置时，应总是用顺时针方向转动调节。

注 7：对有的物质可以等待较短的停待时间，但是对有些物质，平衡时间短于 1 分钟，就会降低测量精度。

10.6 在以下的操作步骤中，应保持仪器的压力差指针指示在“0”标尺的刻度范围内。同时顺时针方向转动两个室的手轮，直到参比室的活塞再次停在内止动位置上，并使压差指针指在“0”处。

10.7 等待 1 分钟（注 6 力，注 7）。再次用测量手轮微调，使压力差指示针指到“0”。（注 8）。

注 8：如果压力差指示针在 1 分钟的停放时间内发生迅速漂移，说明仪器的气密性有问题。在这种情况下，就不能进行准确的测定。

10.8 记录转动手轮的读数， V_x ，并用标定的校正值对记数进行校正，记下试样的排代体积， V_1 。

10.9 打开连通阀，取出样品杯，并做清洗。

10.10 利用 D3576 标准方法，测量泡沫物质泡室的平均弦长， t 。

11. 计算

11.1 由每块试样的长、宽、高测量值，计算每块试样的几何体积， V ，

$$V=l*w*h, \quad \text{cm}^3,$$

11.2 按照下式计算每块试样的表面积：

$$A=2(l*w + l*h + h*w).$$

11.3 利用 10.2 得到的 A ，和 10.10 测定的 t ，计算表面开孔泡室的体积： $V_s=(A*t)/1.14$

11.4 利用下式，计算每块试样的开孔室百分体积：

$$O_c=[(V-V_1-V_s)/V]*100.$$

方法 B — 测定开孔室体积百分数，并通过把样品 切割成 8 小块来校正样品制备中生成的开孔室体积

12. 步骤

12.1 样品制备和测定方法同方法 A 的步骤 10.1-10.8。

12. 2 按照图 2 所示的切线方法，切割三刀，把样品切割成 8 块，切面要平行于试样的外平面。

12. 3 重复 A 法 10.3-10.8 测定步骤，测定合在一起的 8 块试样的体积。并用校正因子校正，得到体积结果为 V_2 。

注 9：切割时一定要小心，确保切线平行于原试样的表面，切面要干净，如果切割时产生可观的的固体碎片，样品就不能使用。

13. 计算

13. 1 根据每块试样在分割前测量的长、宽、高数据，计算每块试样在切割之前的几何体积：

$$V=l*w*h \quad \text{cm}^3$$

13. 2 计算每块试样的开孔泡室体积占几何体积 V 的百分数， O_c ：

$$O_c=[1-(2V_1-V_2)/V]*100$$

式中： V_1 是试样用密度仪测定的体积；

V_2 是试样经三刀切成 8 块后用密度仪器测定的体积；

注 10：这些计算是基于样品是立方体，同时假定泡室大小是均匀的。在开孔泡室体积很小的情况下，由于样品中泡室大小的不均匀性，有时会出现测定的开孔体积为负值的情况。

方法 C — 不对切割生成的表面开孔 进行校正的开孔体积的测量方法

14. 测定步骤

14. 1 当希望测定开孔泡室的近似体积时采用本方法。由于仪器的限制不能采用方法 A 或方法 B 时，也可以采用本法。

14. 2 试样的加工制备和体积测量按照方法 A 中的步骤 10.1-10.8 进行。

15. 计算

15. 1 根据每块试样的长、宽、高测量数据，计算每块试样的几何体积， V ：

$$V=l*w*h, \quad \text{cm}^3,$$

15. 2 计算每块试样的开孔体积占几何体积的百分数， O_c ：

$$O_c=[(V-V_1)/V]*100$$

16. 报告

16. 1 报告应包括以下信息：

16. 1. 1 样品鉴别信息，包括泡沫塑料来源，制造厂家，批号，生产日期。

16. 1. 2 测试使用的方法（A，B，或 C），试样的块数，样品的预处理，如果不是用空气测试，还应说明使用的是什么气体。

16. 1. 3 实验日期。

16. 2 对每个实验的材料，应把所有试样块测定结果的平均值作为报告结果报出。

17. 精密度和偏差

17. 1 精密度—表 1，表 2 和表 3 中的数据是 1981 年多个实验室协同检验结果的数据。因为方法 A 只有 3 个实验室测定，对表 1 的数据要谨慎对待使用。方法 B 和方法 C 各有 5 个实验室采用。每个实验结果都是 5 块试样测定结果的平均值。每个实验室对每个材料只报出一个平均结果。因此

$$S_r = \sqrt{S/5} \quad (1)$$

式中： S_r 是 5 块试样平均结果的标准偏差

17. 1. 1 在表 1，表 2 和表 3 中，有关符号的意义是：

17. 1. 1. 1 S_r 是实验室内测试结果的标准差；

17. 1. 1. 2 S_L 是实验室间方差的平方根;

17. 1. 1. 3 $I_r = 2.83S_r$ (I_r 可以作为重复性误差, 见 17. 1. 2);

17. 1. 1. 4 $I_R = 2.83\sqrt{(S_r^2 + S_L^2)}$, I_R 可以作为再现性误差 (7. 1. 3)

17. 1. 2 重复性—当比较在同一个实验室, 对同一材料, 由同一个分析人员, 在同一天用同一台仪器测定两组 (每组五块试样) 试样所得到的两个平均结果时, 如果两个平均结果之差不大于 I_r 的值, 测定即合格; 如果差值大于 I_r 值, 结果就超差。

17. 1. 3 再现性—当比较由两个不同实验室, 不同分析人员, 在不同日期, 用不同仪器测定同一个材料样品的两组 (每组五块试样) 试样所得到的两个平均结果时, 如果两个平均结果之差不大于 I_R 的值, 测定即合格; 如果差值大于 I_R 值, 结果就超差。

17. 1. 4 17.1.2 和 7.1.3 的判断在 95% 几率是正确的。

17. 2 偏差 待定

18. 关键词

18. 1 泡沫塑料, 闭孔泡室, 开孔泡室, 密度仪

表 1. 开孔泡室, 方法 A

材料	平均%	Sr %	SL%	Ir%	IR%
EXT PS(NBS GM53)	-0.23	0.17	4.01	0.48	11.36
EXE PS	1.80	0.20	2.07	0.57	5.89
Taimer PUR	4.08	0.21	3.07	0.69	8.71
PUR	4.24	0.33	2.75	0.93	7.84
EXP PS	9.61	0.16	0.48	0.45	1.43

表 2. 开孔泡室, 方法 B

材料	平均%	Sr %	SL%	Ir%	IR%
EXT PS	0.71	0.64	1.07	1.53	3.39
EXE PS(nbs gm53)	1.97	0.38	0.55	1.08	1.89
Taimer PUR	3.54	0.40	1.39	1.13	4.09
PUR	4.43	0.50	1.14	1.42	3.52
EXP PS	7.99	0.42	0.43	1.19	1.70

表 3. 开孔泡室体积, 方法 C

材料	平均%	Sr %	SL%	Ir%	IR%
EXT PS	7.13	0.20	1.96	0.57	5.58
EXE PS(nbs gm53)	10.21	0.17	1.16	0.48	3.32
Taimer PUR	12.06	0.21	0.89	0.59	2.59
PUR	12.21	0.29	0.83	0.82	2.49
EXP PS	12.50	0.26	0.96	0.74	2.81
MF	98.97	0.11	0.58	0.31	1.67