

团体标准

T/CSTM XXXXX—202X

氢化双酚 A

Hydrogenated bisphenol A

(征求意见稿)

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

中关村材料试验技术联盟

发布

CSTM征求意见稿使用

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。

本文件由中国材料与试验标准化委员会化工材料标准化领域委员会（CSTM/FC05）提出并归口。

CSTM征求意见稿

氢化双酚 A

警示—— 本文件不是旨在说明与其使用有关的所有安全问题。使用者有责任采取适当的安全和防范措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

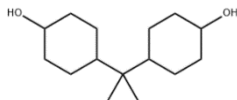
本文件规定了氢化双酚A的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存、安全。

本文件适用于以工业用双酚A为原料，经加氢反应生产的氢化双酚A。主要应用于制备环氧树脂、聚碳酸酯、聚丙烯树脂、不饱和树脂。

CAS号：80-04-6

分子式： $C_{15}H_{28}O_2$ 。

结构式：



相对分子质量：240.38（按2022年国际相对原子质量）。

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 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 3143 液体化学试剂产品颜色测定法(Hazen单位-铂-钴色号)
- 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 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 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

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

氢化双酚A的技术指标应符合表1的规定。

表1 氢化双酚 A 的技术指标

项 目	指 标		
	优级品	一级品	合格品
外观	白色固体		
氢化双酚A, w/%	≥ 98.0	97.0	95.0
羟值, mgKOH/g	≥ 460	455	435
色度, Hazen单位（铂-钴色号）	≤ 10	20	30
水分, w/%	≤ 0.2	0.5	0.5

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GB/T 601、GB/T 603的规定制备。

5.2 外观

取适量样品，置于在定性滤纸上，在日光灯或自然光下目测观察。

5.3 氢化双酚 A 含量

5.3.1 方法提要

采用气相色谱法，在选定的工作条件下，将试样气化后通过色谱柱，使待测定的各组分离，用氢火焰离子化检测器检测，采用面积归一化法定量。

5.3.2 试剂和材料

- 5.3.2.1 氮气：载气，体积分数不小于 99.99%，经硅胶或分子筛干燥、净化。
- 5.3.2.2 氢气：燃气，体积分数不小于 99.99%，经硅胶或分子筛干燥、净化。
- 5.3.2.3 空气：经硅胶或分子筛干燥、净化。

5.3.2.4 甲醇。

5.3.3 仪器和设备

5.3.3.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器（FID），整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 的有关规定。

5.3.3.2 记录装置：色谱工作站。

5.3.3.3 微量进样器：容量 10μL。

5.3.4 测试条件

推荐的色谱操作条件见表2，典型色谱图及各组分保留时间参见附录A，其他能够达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件均可使用。

表2 推荐的色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱	(5%-苯基)-甲基聚硅氧烷非极性柱
柱长×柱内径×液膜厚度	30 m×0.32 mm×0.25μm
柱温/°C	初始温度60°C，保留2min，以10°C/min 升到200°C， 保留8 min，以10°C/min 升到250°C。
汽化室温度/°C	300
检测器温度/°C	320
氮气流量(mL/min)	1.0
氢气流量(mL/min)	30
空气流量(mL/min)	400
尾吹气（N ₂ ）流量 （mL/min)	25
分流比	50: 1
进样量(μL)	0.4

5.3.5 测定步骤

将样品用甲醇溶解，样品浓度为5%~15%（w）。按仪器说明书开启色谱仪，待仪器稳定后，用微量进样器将0.4μL试样注入色谱仪，记录各色谱峰的保留时间和峰面积，采用面积归一化法定量。

5.3.6 结果计算

氢化双酚A的含量（w₁），以%（质量分数）表示，按式（1）计算：

$$w_1 = \frac{A_1}{\sum A_i} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A₁ —— 氢化双酚A的峰面积（三个异构体峰面积之和）；

∑A_i —— 各组分的峰面积的总和。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次测定结果的绝对差值应不大于 0.2%。

5.4 羟值

5.4.1 方法提要

在115℃回流条件下，样品中的羟基化合物与溶解在吡啶中的邻苯二甲酸酐进行酯化反应，过量的邻苯二甲酸酐用氢氧化钠标准溶液滴定。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 咪唑。

5.4.2.2 吡啶：含水小于0.1%。

5.4.2.3 邻苯二甲酸酐酞化试剂：称取116g邻苯二甲酸酐于1L棕色瓶中，加入700mL吡啶并充分摇动至其溶解，再加入16g咪唑小心摇动至溶解，溶液在使用前应静置过夜。

注：此试剂避免长期暴露于空气中吸潮，当颜色变深时试剂应弃用。

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

5.4.2.5 酚酞指示液：10g/L。1g酚酞溶于100mL吡啶。

5.4.3 仪器和设备

5.4.3.1 分析天平：感量0.0001g。

5.4.3.2 空气冷凝管：400mm，标准24/40磨口。

5.4.3.3 油浴：温度维持在 $(115 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

5.4.3.4 移液管：25mL。

5.4.3.5 滴定管：50mL。

5.4.3.6 锥形瓶：250mL，标准24/40磨口。

5.4.4 测定步骤

称取0.6~0.8g样品于锥形瓶中，精确至0.0001g，移入25.00mL邻苯二甲酸酐酞化试剂(5.4.2.3)，轻轻摇动至样品溶解，接上空气冷凝管(5.4.3.2)，置于 $(115 \pm 2)^\circ\text{C}$ 油浴里，加热回流30min。将装置从油浴中取出并冷却至室温，用30mL吡啶(5.4.2.2)冲洗冷凝管。加入3滴酚酞指示液(5.4.2.5)，用0.5mol/L的氢氧化钠标准滴定溶液滴定至淡粉红色终点并保持15s。

同时做空白试验。

5.4.5 结果计算

羟值OHV，以每克试样消耗的氢氧化钾毫克数表示，按式(2)计算：

$$OHV = \frac{(V_0 - V) \times C \times M}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

V_0 —— 滴定空白消耗的氢氧化钠标准溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V —— 滴定试样消耗的氢氧化钠标准溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

C —— 氧化钠标准滴定溶液的浓度的数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

M —— 换算系数的数值，以氢氧化钾(KOH)计 $[M=56.1]$ ，单位为克每摩尔(g/mol)；；

m —— 样品质量的数值，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，两次测定结果的绝对差值应不大于3mgKOH/g。

5.5 色度

按GB/T 3143的规定进行测定。

5.6 水分

按GB/T 6283中的直接电量滴定法的规定测定。

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，同一成品罐的产品为一批。

6.3 采样

按GB/T 3723、GB/T 6678、GB/T 6679的规定确定采样单元数和采样方法，采样总量不少于1kg。将所采样品混合均匀后，分别装于两个清洁、干燥的取样容器中，并贴上标签，注明产品名称、批号、采样日期、采样者姓名等。样品密封，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，另一袋保存三个月备查。

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，应重新自两倍量的包装单元中取样进行复验。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，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“怕晒”等规定。

7.2 包装

产品应采用密封塑料袋包装，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。

7.3 运输

运输过程中要确保容器不泄露、不坠落、不损坏，独立运输、严禁混运，搬运时不得滚、摔，应轻拿轻放，应轻搬、轻放，防止雨淋、日晒。

7.4 贮存

产品应贮存于阴凉、干燥的通风处。远离火种、热源、防水防潮。在符合本标准运输贮存条件下，贮存期为一年，超过保质期的产品，经检验合格后也可使用。

8 安全

参见附录 B。

CSTM征求意见稿使用

CSTM征求意见稿使用

附录 A
(资料性)

氢化双酚A的典型色谱图及各组分保留时间

A.1 氢化双酚 A 的典型色谱图

氢化双酚 A 的典型色谱图见图 A.1。

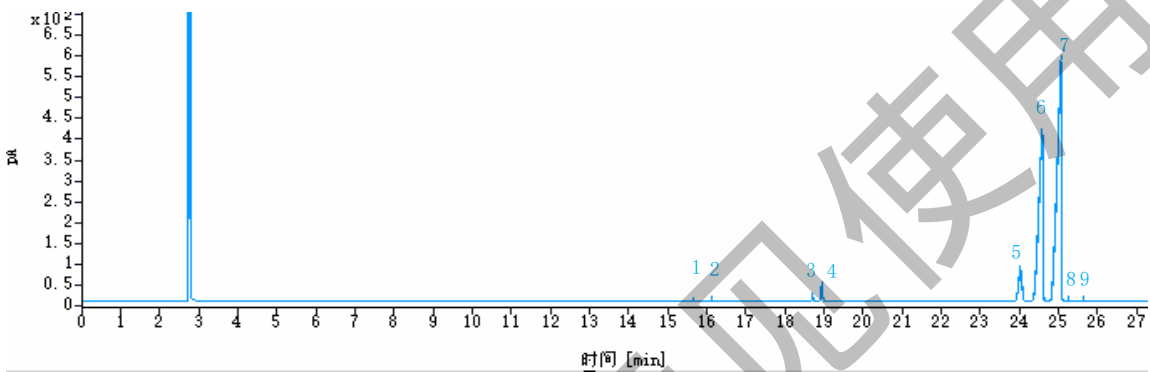


图 A.1 氢化双酚 A 的典型色谱图

标引序号说明：

- 1 —— 未知杂质；
- 2 —— 未知杂质；
- 3 —— 2-环己基-2（4-羟基环己基）丙烷（1）；
- 4 —— 2-环己基-2（4-羟基环己基）丙烷（2）；
- 5 —— 氢化双酚 A（1）；
- 6 —— 氢化双酚 A（2）；
- 7 —— 氢化双酚 A（3）；
- 8 —— 未知杂质；
- 9 —— 未知杂质。

A.2 各组分保留时间

氢化双酚 A 的各组分保留时间见表 A.1。

表 A.1 各组分保留时间

序号	组分名称	相对保留时间/min
1	未知杂质	15.655
2	未知杂质	16.094
3	2-环己基-2(4-羟基环己基)丙烷(1)	18.695
4	2-环己基-2(4-羟基环己基)丙烷(2)	18.922
5	氢化双酚 A(1)	24.040
6	氢化双酚 A(2)	24.680
7	氢化双酚 A(3)	25.209
8	未知杂质	25.316
9	未知杂质	25.683

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/606042101145010215>