

ICS 65.050
B 72



中华人民共和国国家标准

GB/T 14020—2006
代替 GB/T 14020—1992

氢化松香

Hydrogenated rosin

MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2006-07-12 发布

2006-12-01 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



目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 要求	1
5 试验方法	2
6 检验规则	5
7 包装、标志、运输、贮存	5
附录 A (资料性附录) 氢化松香四氢枞酸的气相色谱图	7
表 1 氢化松香技术指标	1
表 2 氢化松香取样抽检的最少桶数	5

美析仪器
MACY
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

前 言

本标准代替 GB/T 14020—1992《氢化松香》。

本标准与 GB/T 14020—1992《氢化松香》相比主要变化如下：

- 增加了高度氢化松香的各项指标(见表 1)；
- 将玻璃色块比色、外观、酸值、软化点、乙醇不溶物、不皂化物的测定方法改为直接引用 GB/T 8146—2003《松香试验方法》中的相应规定；
- 修改了酸值的单位符号(见表 1)；
- 修改了枞酸、去氢枞酸的测定方法(见 5.6)；
- 增加了四氢枞酸的测定方法(见 5.8)；
- 增加了出厂检验和型式检验(见 6.1.1、6.1.2)；
- 氢化松香包装桶要求改为引用行业标准 LY/T 1145(见 7.1.1)；
- 规定了氢化松香的最大允许称量范围,增加了最大允许称量误差(见 7.1.2)；
- 在标志中将批号的标识方法具体化,使得产品具有可溯源性质(见 7.2.1)；
- 增加了运输的相关规定(见 7.3)。
- 增加了高度氢化松香四氢枞酸的测定方法(见附录 A)。

本标准由国家林业局提出并归口。

本标准由中国林业科学研究院林产化学工业研究所负责起草。

本标准主要起草人：高宏、宋湛谦、叶伯蕙。

本标准于 1992 年首次发布。

氢化松香

1 范围

本标准规定了氢化松香的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存。
本标准适用于普通氢化松香和高度氢化松香。

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 8146—2003 松香试验方法

LY/T 1145 松香包装桶

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

普通氢化松香 hydrogenated rosin

以脂松香为原料，在一定温度和压力下，采用钨/碳催化剂，使松香树脂酸的双键部分被氢饱和而制得的氢化松香。主要化学成分是二氢枞酸，分子式为 $C_{20}H_{32}O_2$ 。

3.2

高度氢化松香 high-hydrogenated rosin

以脂松香为原料，在一定温度和压力下，采用钨/碳催化剂，使松香树脂酸的双键大部分被氢饱和而制得的氢化松香。主要化学成分是四氢枞酸和二氢枞酸，分子式为 $C_{20}H_{34}O_2$ 和 $C_{20}H_{32}O_2$ 。四氢枞酸含量应不小于 30%。

4 要求

4.1 性状

氢化松香是一种无定形的透明固体树脂。

4.2 项目和指标

项目和指标见表 1。

表 1 氢化松香技术指标

项 目		指 标					
		普通氢化松香			高度氢化松香		
		特 级	一 级	二 级	特 级	一 级	
外 观		透 明					
颜 色	玻璃色块比色		符合松香色度标准块的要求				
	不深于罗维邦色号	黄	12	20	30	12	20
		红	1.4	2.1	2.5	1.4	2.1

表 1(续)

项 目	指 标					
	普通氢化松香			高度氢化松香		
	特 级	一 级	二 级	特 级	一 级	
酸值/(mg/g)	≥	162.0	160.0	158.0	164.0	160.0
软化点(环球法)/°C	≥	72.0	71.0	70.0	73.0	72.0
乙醇不溶物/(%)	≤	0.020	0.030	0.040	0.020	0.030
不皂化物/(%)	≤	7.0	8.0	9.0	7.0	8.0
枞酸/(%)	≤	2.00	2.50	3.00	0.50	1.00
去氢枞酸/(%)	≤	10.0	10.0	15.0	8.0	10.0
氧吸收量 ^a /(%)	≤	0.20	0.20	0.30	0.20	0.20
四氢树脂酸/(%)	≥	—			30.0	

^a 根据用户需要选测。

5 试验方法

试验中除特殊规定外,所用试剂为分析纯。

5.1 颜色及外观的测定

5.1.1 玻璃色块比色

依据 GB/T 8146—2003 3.2 的方法进行。

5.1.2 罗维邦比色

5.1.2.1 仪器

罗维邦色调计。

5.1.2.2 试样的制备

把要测定的氢化松香试样块用电熨斗快速、断续地熨成边长略大于 22 mm 的立方体,并用软纸或棉花把每次熨后产生的熔化氢化松香擦净。最后用来比色的一对工作面应是光滑而平行的平面,其厚度为 22 mm。

5.1.2.3 定级

将试样放入罗维邦色调计的试样槽座上,先把色调计的黄色色调调到试样标准的数值上作为基色,然后用红色色调调到相当于试样的颜色,读取的黄色和红色色号数小于或等于表 1 所规定的色号,则符合该级颜色的规定。

5.1.1 与 5.1.2 具有同等效果;当二者结果不一致时,以 5.1.2 方法为仲裁结果。

5.1.3 外观的测定

依据 GB/T 8146—2003 3.3 的方法进行。

5.2 酸值的测定

依据 GB/T 8146—2003 第 5 章的方法进行。

5.3 软化点的测定(环球法)

依据 GB/T 8146—2003 第 4 章的方法进行。

5.4 乙醇不溶物含量的测定

依据 GB/T 8146—2003 第 7 章的方法进行。

5.5 不皂化物的测定

依据 GB/T 8146—2003 第 6 章的方法进行。

5.6 枞酸、去氢枞酸含量的测定

5.6.1 仪器

5.6.1.1 紫外分光光度计。

5.6.1.2 容量瓶, 50 mL。

5.6.2 试剂

无水乙醇(符合 GB 678)。

5.6.3 测定方法

称取去除外表部分的试样约 0.015 g(准确至 0.000 1 g)于洁净、干燥的 50 mL 容量瓶中,加入少量无水乙醇使试样完全溶解后,再加无水乙醇至标线,充分摇匀待用(如需稀释可用移液管准确吸取 5 mL 入另一 50 mL 容量瓶中,再加乙醇至标线)。

将待测液和无水乙醇分别移入两只厚度为 1 cm 的洁净石英比色皿中,用擦镜纸将比色皿外壁擦净。放入分光光度计的比色皿架,调节仪器狭缝宽度为 1.0 nm,分别在波长 241 nm 与 250 nm, 273 nm 与 276 nm 及附近波长的紫外光进行测定,取其消光值的峰谷处的值进行计算。

5.6.4 结果计算和报告

5.6.4.1 计算

枞酸含量以枞酸的质量分数 w_k 计,数值以%表示,按式(1)计算,去氢枞酸含量以去氢枞酸的质量分数 w_m 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_k = \frac{(E_{241} - E_{250})}{c k l} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

$$w_m = \frac{(E_{276} - E_{273})}{c f l} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

E_{241} 、 E_{250} 、 E_{273} 、 E_{276} ——分别为波长 241 nm、250 nm、273 nm、276 nm 附近紫外光的消光值峰谷处的值;

c ——试样浓度,单位为克每升(g/L);

l ——比色皿的厚度,单位为厘米(cm);

k ——纯枞酸比吸收系数($k=28$);

f ——纯去氢枞酸比吸收系数($f=1.06$)。

计算结果表示到小数点后第二位。

5.6.4.2 报告

枞酸含量两次平行试验结果允许相差 0.05%,以算术平均值表示,报告至小数点后第二位。

去氢枞酸含量两次平行试验结果允许相差 0.5%,以算术平均值表示,报告至小数点后第一位。

5.7 氧吸收量的测定

5.7.1 方法提要

将粉碎为一定粒度的氢化松香置于一定压力的氧气中,7 d 后测定其吸氧量。反映了氢化松香的对氧稳定性。

5.7.2 仪器

5.7.2.1 10 目、20 目分样筛。

5.7.2.2 耐压容器。

5.7.2.3 氧气瓶。

5.7.3 测定方法

将除去外表部分的氢化松香研碎、过筛,取其 10 目~20 目粒度的试样 10 g 左右于 50 mL 已知质量的洁净烧杯中,置干燥器中 24 h 后取出称量(准确至 0.000 1 g),杯上盖一多孔罩,以免试样飞出,然

后放入在(25±5)℃条件下的耐压容器内,用氧气充压至 2.1 MPa,在(25±5)℃,保持 7 d,取出置干燥器中 24 h 后称量。

5.7.4 结果计算和报告

5.7.4.1 计算

氧吸收量以氧吸收量的质量分数 w_v 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_v = \frac{(m_1 - m_2)}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m_2 ——吸氧后试样和烧杯的质量,单位为克(g);

m_1 ——吸氧前试样和烧杯的质量,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果报告至小数点后两位。

5.7.4.2 报告

两次平行试验结果允许相差 0.01%,以算术平均值计,报告结果保留小数点后两位。

5.8 四氢枞酸的测定(气相色谱法)

5.8.1 原理

氢化松香的主要成分为不同饱和度的枞酸型和海松酸型树脂酸,可用气相色谱法测定,并用氢火焰检测器检测其信号,经色谱数据处理机或色谱工作站处理即得到各种树脂酸酯的色谱图和百分含量。

5.8.2 试剂

5.8.2.1 无水乙醇(符合 GB/T 678)

5.8.2.2 1%酚酞指示剂 称取 1.0 g 酚酞(符合 GB/T 10729)溶于乙醇,用 95%乙醇溶解并稀释至 100 mL。

5.8.2.3 6%四甲基氢氧化铵甲醇溶液。

5.8.2.4 甲醇。

5.8.3 仪器

5.8.3.1 气相色谱仪(氢火焰检测器)。

5.8.3.2 色谱数据处理机或色谱工作站。

5.8.3.3 色谱柱,推荐使用国产 OV-17 毛细管柱 30 m×0.25 mm×0.5 μm,或达到同等分离效果的色谱柱。

5.8.4 气相色谱条件

汽化室为 260℃;采用程序升温:初温 200℃(保留 2 min),升温速率 1℃/min,终温 250℃;载气为氮气,流速 30 mL/min;分流比为 1:50;进样量 0.2 μL。

5.8.5 分析步骤

5.8.5.1 样品的制备

用分析天平称取去除外表部分的氢化松香试样(50±2) mg 于 10 mm×100 mm 的试管中,加入 0.5 mL 无水乙醇溶解,加入 1 滴 1%酚酞指示剂溶液,用 6%四甲基氢氧化铵甲醇溶液滴至粉红色 30 s 不褪为止。

5.8.5.2 树脂酸含量的测定

色谱仪通入载气(N₂),启动色谱仪。设定色谱条件,加热升温。当各部件(汽化室、检测器、柱箱)的温度达到设定值时,通入氢气、空气,检测器点火燃烧。待仪器稳定时,进样。当样品的色谱峰全部检出后,仪器就将各个色谱峰(树脂酸峰)的相对百分比含量打印出来。

通过对树脂酸色谱峰的辨认,并按同类相加,得到氢化松香样品的四氢枞酸百分比含量,精确至小数点后一位。

6 检验规则

6.1 检验分类

产品检验分出厂检验和型式检验。

6.1.1 出厂检验

产品应经公司检验部门检验合格,并附有产品质量合格证方可出厂。出厂检验项目为:外观、颜色、酸值、软化点、枞酸含量、四氢枞酸含量。

6.1.2 型式检验

型式检验包括表 1 所列的全部检验项目。

下列情况之一时,应进行型式检验:

- a) 当原辅材料及生产工艺发生较大变动时;
- b) 长期停产恢复生产时;
- c) 正常生产时,每半年不少于一次。

6.2 批次划分

生产当日 0 时至 24 时收集的氢化松香为一批次。

6.3 取样方法

氢化松香检验应在同级品中进行,试样在包装完整的桶中选取。抽样数量按表 2 规定。

取样部位需离桶壁 50 mm 以内,氢化松香表面 50 mm 以下,取块状试样,每桶约取 200 g,桶数少时可增加到 400 g。

在取得的试样中,选取颜色最深的作为该批测定氢化松香颜色的试样。用于测定其他指标的试样按所取试样等量混合,共取 300 g 装入磨口暗色玻璃瓶中,用作检验。

表 2 氢化松香取样抽检的最少桶数

每批氢化松香桶数	抽检数/(%)	备 注
50 以下	8	不少于 2 桶
51~150	6	不少于 4 桶
151~500	5	不少于 8 桶
501~1 000	4	不少于 20 桶

6.4 定级

氢化松香的等级评定是根据各项指标全部符合同一等级来定级,如果检验结果有一项指标不符合本标准中同一等级要求时,则降为与之相应的等级。

6.5 仲裁

用户对氢化松香应及时验收或复检,当供需双方对产品质量发生异议时,可请国家认可的质量检验机构进行仲裁。

7 包装、标志、运输、贮存

7.1 包装

7.1.1 氢化松香包装桶,应符合 LY/T 1145 的要求。

7.1.2 氢化松香用镀锌铁桶包装,每桶氢化松香净重(225±0.5) kg。

7.1.3 氢化松香的其他包装由供需双方商定。

7.2 标志

7.2.1 包装上应有明显而牢固的标志,其内容为:产品名称、标准编号、批号、毛重、净重、等级、厂名、厂址。

GB/T 14020—2006

7.2.2 批号的表示方法:用“×××××××××”九位数字表示,前面六位数分别代表年、月、日,末尾三位数代表生产当日 0 时至 24 时收集氢化松香的流水编号(001~999)。

7.2.3 出口产品的标志按出口要求进行标志。

7.3 运输

氢化松香在运输过程中应防止进水、污染和激烈碰撞,应保持包装的完好性。

7.4 贮存

氢化松香宜存放在室内阴凉干燥处,不可靠近火源。



附录 A

(资料性附录)

氢化松香四氢枞酸的气相色谱图

A.1 色谱柱

国产 OV-17 毛细管柱 30 m×0.25 mm×0.5 μm。

A.2 氢化松香四氢枞酸的气相色谱图

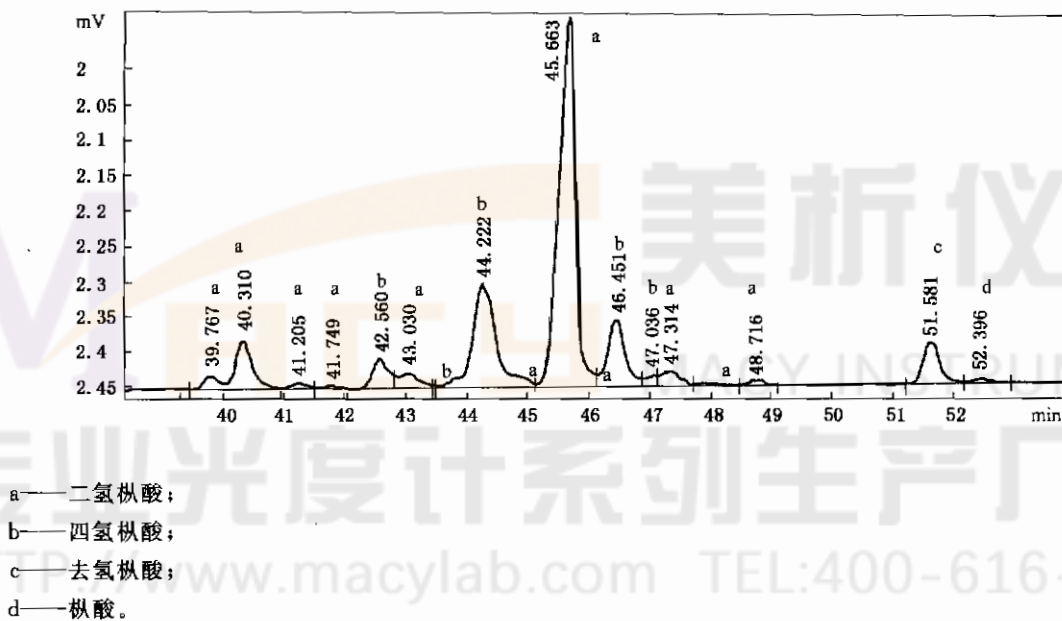


图 A.1 氢化松香四氢枞酸的气相色谱图



HTTP://www.macylab.com TEL:400-656-4686

中华人民共和国
国家标准
氢化松香

GB/T 14020—2006

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

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 0.75 字数 16 千字

2006年12月第一版 2006年12月第一次印刷

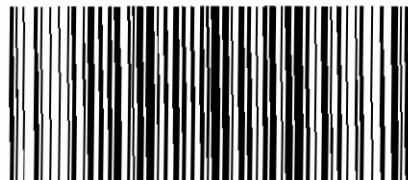
*

书号: 155066·1-28499 定价 10.00 元

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)68533533



GB/T 14020-2006