

ICS 37.040.20
G 81
备案号: 53251—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4948—2016

光敏材料用二缩三丙二醇二丙烯酸酯

2016-01-15 发布

2016-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国感光材料标准化技术委员会（SAC/TC102）归口。

本标准起草单位：天津市天骄辐射固化材料有限公司、江苏利田科技股份有限公司、江苏三木化工股份有限公司。

本标准主要起草人：黄凤岐、黄建文、马怀祥、惠正权、罗侃。

光敏材料用二缩三丙二醇二丙烯酸酯

1 范围

本标准规定了光敏材料用二缩三丙二醇二丙烯酸酯（简称 TPGDA）的技术要求，试验方法，检验规则，标志、标签、包装、运输和贮存以及有效期。

本标准适用于由二缩三丙二醇与丙烯酸在催化剂存在下经酯化反应得到的 TPGDA。

分子式： $C_{15}H_{24}O_6$

相对分子质量：300.35（按 2009 年国际相对原子质量）

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 4472—2011 化工产品密度、相对密度的测定

GB/T 5561—2012 表面活性剂 用旋转式粘度计测定粘度和流动性质的方法

GB/T 6283—2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）

GB/T 6680—2003 液体化工产品采样通则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9282.1—2008 透明液体 以铂-钴等级评定颜色 第一部分：目视法

GB/T 9750—1998 涂料产品包装标志

GB/T 13491—1992 涂料产品包装通则

GB/T 17530.5—1998 工业丙烯酸及酯中阻聚剂的测定

3 技术要求

产品应符合表 1 中列出的技术要求。

表 1

项 目	指 标	
	优等品	合格品
外观	透明液体	透明液体
密度(25℃)/(g/cm ³)	1.030 0~1.050 0	1.030 0~1.060 0
色号/Hazen 单位(Pt-Co 色号) ≤	50	50
纯度(GC)/% ≥	80	30
甲苯(GC)/% ≤	0.05	0.20
其他有机溶剂(GC)/% ≤	0.10	0.30
酸值(以 KOH 含量计)/(mg/g) ≤	0.20	0.20
水分/% ≤	0.15	0.15
黏度(25℃)/cps	10~18	10~20
阻聚剂[以对羟基苯甲醚(MEHQ)计]/(μg/g)	100~400	100~400

4 试验方法

本标准所用试剂和水在没有注明其他特殊要求时，均使用分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601—2002、GB/T 603—2002 的规定制备。

4.1 外观

在自然光下目测。

4.2 密度

按 GB/T 4472—2011 中 4.3.1 的规定进行测定。

4.3 色号

按 GB/T 9282.1—2008 的规定进行测定。

4.4 纯度

4.4.1 试剂和材料

- 4.4.1.1 丙酮：分析纯。
- 4.4.1.2 氢气：使用前需用脱水装置、硅胶、分子筛或活性炭等进行净化处理。
- 4.4.1.3 高纯氮气：纯度≥99.99 %。
- 4.4.1.4 空气：应无腐蚀性杂质，使用前需用脱水装置、硅胶、分子筛或活性炭等进行净化处理。

4.4.2 仪器及条件

- 4.4.2.1 气相色谱仪（GC）及色谱工作站：要求见表 2。

表 2

项 目	条 件
毛细管柱	OV-17 0.53 mm×15 m，膜厚 0.5 μm，宽孔弹性石英交联柱
载气	高纯氮气
载气流量	6 mL/min(线速 15 cm/s)
柱箱程序升温	起始温度 70 ℃ 起始温度保持时间 2 min~5 min 升温速度 10 ℃/min 终温 260 ℃~280 ℃ 终温保持时间 10 min~15 min
氢火焰离子化检测器(FID)	氢气 30 mL/min 空气 350 mL/min
检测器温度	350 ℃
进样器温度	250 ℃~300 ℃
补偿气	高纯氮气
补偿气流速	20 mL/min~30 mL/min
分流比	0~5

4.4.2.2 天平：电子天平，感量 0.1 mg。

4.4.2.3 注射器：1 μL。

4.4.2.4 螺口玻璃瓶：40 mL。

4.4.2.5 移液管：5 mL。

4.4.3 测试步骤

4.4.3.1 把螺口玻璃瓶（4.4.2.4）置于天平（4.4.2.2）托盘上，复零。在螺口玻璃瓶（4.4.2.4）中称取 0.5 g±0.01 g 多官能团丙烯酸酯样品，再向螺口玻璃瓶（4.4.2.4）中移入 5 mL 丙酮（4.4.1.1）稀释，盖上盖子，摇匀。

4.4.3.2 用丙酮（4.4.1.1）冲洗气相色谱仪内毛细管柱，运行程序升温，直到除了空白溶剂（丙酮）无杂质峰出现。

4.4.3.3 注射 0.2 μL 试样溶液进入气相色谱仪毛细管柱，运行程序升温，记录色谱图，控制分流比尽量小。

4.4.4 计算（面积归一化法）

利用色谱工作站积分程序消除丙酮峰，计算机系统自动计算试样中各组分峰面积，并给出面积百分比及含量。

样品的纯度按公式（1）计算：

$$C_i = \frac{A_i}{\sum A} \times 100\%$$

..... (1)

式中：

C_i——样品中多官能团丙烯酸酯单体的纯度；

A_i——样品中多官能团丙烯酸酯单体峰面积；

∑A——试样中各组分峰面积之和。

HG/T 4948—2016

4.5 有机溶剂（苯、甲苯、乙苯和二甲苯）

4.5.1 试剂和材料

4.5.1.1 有机溶剂

以下溶剂均应达到色谱纯：苯、甲苯、乙苯和二甲苯。

4.5.1.2 基质校正剂

三醋酸甘油酯（C₉H₁₄O₆）：色谱纯。

4.5.1.3 气体

4.5.1.3.1 氢气：使用前需用脱水装置、硅胶、分子筛或活性炭等进行净化处理。

4.5.1.3.2 高纯氮气：纯度≥99.99 %。

4.5.1.3.3 空气：应无腐蚀性杂质。使用前需用脱水装置、硅胶、分子筛或活性炭等进行净化处理。

4.5.2 仪器及条件

4.5.2.1 顶空仪及条件：见表 3。

表 3

项 目	条 件
顶空瓶	20 mL
样品环	1.0 mL
样品平衡温度	70 ℃～90 ℃
样品环温度	100 ℃
传输线温度	120 ℃
样品平衡时间	30 min
样品瓶加压压力	90 kPa+10 kPa
加压时间	3 s
样品环平衡时间	10 s
进样时间	15 s

4.5.2.2 气相色谱仪及条件：见表 4。

表 4

项 目	条 件
TVOC 毛细管柱(VOCOL 柱或等效柱)	0.32 mm×60 m, 膜厚 1.8 μm
载气	高纯氮气
进样口温度	150 ℃
恒流模式	柱流量 3.8 mL/min, 分流比 3 : 1
补偿气	高纯氮气
程序升温	起始温度 40 ℃, 起始温度保持时间 2 min, 升温速度 4 ℃ /min, 终温 180 ℃, 终温保持时间 15 min
氢火焰离子化检测器(FID)	温度 250 ℃, 氢气 40 mL/min, 空气 400 mL/min, 补充气 (N ₂) 30 mL/min

4.5.2.3 分析天平：感量 0.1 mg。

4.5.2.4 移液枪：1 000 μL，活塞式。

4.5.2.5 容量瓶：250 mL。

4.5.2.6 移液管：50 mL。

4.5.3 测试步骤

4.5.3.1 标准溶液和样品制备

4.5.3.1.1 在 250 mL 容量瓶中加入苯、甲苯、乙苯和二甲苯（4.5.1.1）各 20 mg~30 mg，分别准确称量（精确至 0.1 mg），以三醋酸甘油酯（4.5.1.2）定容，定为第 1 级标准溶液。

4.5.3.1.2 取第 1 级标准溶液（4.5.3.1.1）50.00 mL，加到 250 mL 容量瓶中，以三醋酸甘油酯（4.5.1.2）定容，定为第 2 级标准溶液。

4.5.3.1.3 取第 2 级标准溶液（4.5.3.1.2）50.00 mL，加到 250 mL 容量瓶中，以三醋酸甘油酯（4.5.1.2）定容，定为第 3 级标准溶液。

4.5.3.1.4 取第 3 级标准溶液（4.5.3.1.3）50.00 mL，加到 250 mL 容量瓶中，以三醋酸甘油酯（4.5.1.2）定容，定为第 4 级标准溶液。

4.5.3.1.5 标准溶液（4.5.3.1.4）应置于冰箱中（-18 ℃）保存，有效期 6 个月。取用时放置于常温下，常温后方可使用。

4.5.3.1.6 试样制备在常温、常压下进行。制样应快速、准确，并确保样品不受污染。每个样品做两个平行试样。

4.5.3.1.7 准确称取多官能度丙烯酸酯单体 0.05 g~0.1 g（精确至 0.1 mg），记下重量，立即加到顶空瓶（4.5.2.1）中，再加入 1 000 μL 三醋酸甘油酯（4.5.1.2），密封后待测。

4.5.3.2 定性分析

取单个标样进行顶空-气相色谱分析，确定其保留时间。分别测定所有溶剂（4.5.1.1），确定其标样的保留时间。

4.5.3.3 定量分析

4.5.3.3.1 工作曲线绘制

分别加入 1 000 μL 第 1~4 级标准溶液（4.5.3.1.1~4.5.3.1.4）进行顶空-气相色谱分析。每级

HG/T 4948—2016

标准溶液重复测定两次，取平均值。根据目标化合物的峰面积及其含量（将标液浓度单位换算为 mg/mL）建立相应工作曲线，工作曲线强制过原点。

4.5.3.3.2 样品测定

将样品按本标准（4.5.3.1.6～4.5.3.1.7）制取试样，进行顶空-气相色谱分析。每个样品重复测定两次。根据相应组分的峰面积计算样品中各组分含量，取平均值，保留小数点后 1 位。

4.5.4 计算

样品中挥发性有机化合物含量按公式（2）计算：

$$C_i = \frac{A_i}{K_i \times 1000} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- C_i ——样品中挥发性有机化合物含量；
- A_i ——色谱软件计算的挥发性有机化合物含量的数值，单位为毫克每毫升（mg/mL）；
- K_i ——多官能度丙烯酸酯单体试样的浓度的数值，单位为克每毫升（g/mL）。

4.6 酸值

4.6.1 仪器

- 4.6.1.1 微量滴定管：1 mL～2 mL，分度值为 0.01 mL。
- 4.6.1.2 锥形瓶：125 mL。

4.6.2 试剂

- 4.6.2.1 氢氧化钾标准滴定溶液： $c(\text{KOH})=0.05 \text{ mol/L}$ 。
- 4.6.2.2 酚酞指示剂：10 g/L 乙醇溶液。
- 4.6.2.3 无水乙醇。

4.6.3 操作步骤

- 4.6.3.1 取 50 mL 无水乙醇，加入 2 滴酚酞指示剂（10 g/L），以氢氧化钾标准滴定溶液（0.05 mol/L）中和至微红色，备用。
- 4.6.3.2 用天平称取 5 g 样品（精确至 0.01 g），置于 125 mL 锥形瓶中，加入 25 mL 已中和过的乙醇溶液（4.6.3.1）溶解，再加入 2 滴酚酞指示剂（10 g/L），用 0.05 mol/L 氢氧化钾标准滴定溶液滴定至粉红色（30 s 内不褪色）即为终点。

4.6.4 计算

样品的酸值以氢氧化钾含量计，按公式（3）计算：

$$X = \frac{V_c \times 56.11}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- X ——酸值的数值，单位为毫克每克（mg/g）；
- V ——滴定样品溶液消耗氢氧化钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；
- c ——氢氧化钾标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；
- m ——样品的质量的数值，单位为克（g）；

56.11——氢氧化钾的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）。

4.7 水分

按 GB/T 6283—2008 的规定进行测定。

4.8 黏度

按 GB/T 5561—2012 的规定进行测定。

4.9 阻聚剂 [以对羟基苯甲醚（MEHQ）计]

按 GB/T 17530.5—1998 的规定进行测定。

5 检验规则

5.1 取样按 GB/T 6680—2003 的有关规定执行。

5.2 全项指标检测符合标准要求的判为合格。当某一指标不符合要求时，应重新加倍抽样对不合格的项目进行复检，复检仍不合格，则判该批产品不合格。

6 标志、标签、包装、运输和贮存

6.1 标志

按 GB/T 9750—1998 的规定执行。

6.2 标签

产品应赋有标签标志，标出产品名称、批号、净含量、生产厂名、厂址、生产日期、保存期、合格证、执行标准及警示提示。

6.3 包装

按 GB/T 13491—1992 的规定执行。

6.4 运输

运输中应避免阳光直射、曝晒。

6.5 贮存

产品应在避免阳光直射、通风的场所贮存。

7 有效期

产品自生产日期起，有效期为 12 个月。超过有效期，按本标准规定的项目重新进行检验，如果符合技术要求，仍可使用。