

ICS 37.040.20

G 80

备案号:38621—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4399—2012

胶印印刷版材用成膜酚醛树脂

Novolak resins used for offset plates

2012-12-28 发布

2013-06-01 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。

本标准由全国数码影像材料与数字印刷材料标准化技术委员会(SAC/TC432)归口。

本标准起草单位：威海经济技术开发区天成化工有限公司、乐凯华光印刷科技有限公司、本溪市瑞事达化工有限公司。

本标准主要起草人：丛培军、高峰、王怀功、唐月琴、杨金瑞、孔祥丽、邵正春、李剑波、余尚先。

胶印印刷版材用成膜酚醛树脂

1 范围

本标准规定了胶印印刷版材用成膜酚醛树脂的要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输及贮存。

本标准适用于以烷基酚和甲醛合成的热塑性胶印印刷版材用成膜酚醛树脂。

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,仅所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 9284 色漆和清漆用漆基软化点的测定 环球法
- HG/T 2712 液态和溶液状酚醛树脂粘度的测定
- JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则
- 国家质量监督检验检疫总局令第 75 号 定量包装商品计量监督管理办法

3 要求

3.1 产品性能

产品性能应符合表 1 的规定。

表 1

项 目	指 标
外观	淡黄色至棕红色透明固体
软化点(环球法)/℃	100~160
粘度(15 %丙二醇独甲醚溶液、25 ℃)/(mm ² /s)	5~20
游离酚含量/%	≤ 2.0
丙二醇独甲醚、丁酮、环己酮溶解性/g	≥ 30
丙二醇独甲醚不溶物含量/%	≤ 5
碱溶性/g	≥ 1
碱溶解速率/[g/(m ² ·s)]	0.05~0.50
雾浊点 pH 值	10.5~12.0
相对重均分子量	3 000~20 000
分子量分布	2~20

3.2 包装质量

应符合国家质量监督检验检疫总局令第 75 号《定量包装商品计量监督管理办法》的规定。

3.3 保质期

产品自生产之日起,在本标准规定的条件下贮存和运输,保质期为不低于 12 个月。

4 试验方法

4.1 试剂

- 本标准中规定使用的化学试剂均为分析纯级。
- 本标准中规定使用的各种溶液仅供一次性使用。
- 本标准中规定使用的碱溶液配制方法是硅酸钠($\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) 30 g、氢氧化钠 4 g,用蒸馏水稀释至 1 000 mL。

4.2 外观质量检测

采用目测的方法进行。

4.3 软化点测定

按 GB/T 9284 的规定进行。

4.4 粘度测定

4.4.1 树脂溶液的制备

称取 15.00 g(精确至 0.01 g)研成粉末的成膜树脂,放入带磨口塞的三角瓶中,加入 85.00 g(精确至 0.01 g)丙二醇独甲醚,略微加热使之完全溶解即可。

4.4.2 树脂溶液粘度的测定

按 HG/T 2712 的规定进行。

4.5 游离酚含量的测定

4.5.1 试剂

- 0.1 mol/L KBr-KBrO₃ 溶液;
- 0.1 mol/L Na₂S₂O₃ 标准溶液;
- 淀粉指示剂;
- 浓盐酸(相对密度 1.19);
- KI 固体试剂;
- 无水乙醇。

4.5.2 测定步骤

4.5.2.1 称取 0.5 g 研成粉末的成膜树脂(准确至 0.1 mg),用 20 mL 无水乙醇溶于 500 mL 圆底烧瓶中,加入 100 mL 蒸馏水,充分搅拌均匀后,用水蒸气蒸馏法蒸出游离酚,馏出物收集于 500 mL 容量瓶中,控制蒸馏时间为 30 min~40 min,蒸馏近 50 mL 用溴水检验,若没有白色沉淀物出现,即蒸馏完毕,加入蒸馏水稀释至刻度摇匀。

4.5.2.2 吸取 4.5.2.1 溶液 50 mL 于 250 mL 碘量瓶中,加入 0.1 mol KBr-KBrO₃ 溶液 25 mL、浓盐酸 5 mL,迅速盖好塞子,充分摇匀,放置于暗处 15 min,再加入 2 g KI,摇匀后放暗处,再静置 10 min,然后冲洗瓶口,用 0.1 mol/L Na₂S₂O₃ 标准溶液滴定至淡黄色,加入淀粉指示剂 2 mL,再滴定至蓝色消失为止,同时作空白试验。

4.5.2.3 计算

游离酚含量按式(1)进行计算,数值以%表示:

$$\text{游离酚含量} = \frac{(V_1 - V_2) \times M_1 \times 0.015\,68}{G \times 50/500} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- V₁——空白试验消耗 Na₂S₂O₃ 体积的数值,单位为毫升(mL);
- V₂——样品试验消耗 Na₂S₂O₃ 体积的数值,单位为毫升(mL);
- M₁——Na₂S₂O₃ 浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- G——样品的质量的数值,单位为克(g);

0.015 68——浓度为 0.167 mol/L 的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 相当于苯酚的摩尔质量的数值。

4.6 丙二醇独甲醚、丁酮、环己酮溶解性的测定

分别称取 100.00 g(精确至 0.01 g)丙二醇独甲醚、丁酮、环己酮放入烧杯中,加入 30.00 g(精确至 0.01 g)研成粉末的成膜树脂,25℃±1℃下搅拌溶解,1 h 后停止搅拌,用分析滤纸过滤,滤液澄清透明为合格。

4.7 丙二醇独甲醚不溶物含量的测定

称取 50 g±1 g(精确至 0.01 g)丙二醇独甲醚放入烧杯中,加入 1 g±0.1 g(精确至 0.1 mg)研成粉末的成膜树脂,室温下搅拌溶解,1 h 后停止搅拌,溶液备用。

取滤纸 1 张放入 110℃烘箱恒温 30 min,取出放入干燥器中冷却至室温,称量记为 m_1 (精确至 0.1 mg),将溶液用该滤纸过滤,滤完后用 10 g 丙二醇独甲醚淋洗滤纸,将淋洗完的滤纸置于 110℃鼓风烘箱内恒温 30 min,取出放入干燥器中冷却至室温,称量记为 m_2 (精确至 0.1 mg)。丙二醇独甲醚不溶物按式(2)进行计算,数值以%表示:

$$\text{丙二醇独甲醚不溶物的含量} = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——滤纸的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——滤纸与不溶物的质量的数值,单位为克(g);

m ——加入成膜树脂的质量的数值,单位为克(g)。

4.8 碱溶性的测定

量取 100 mL(精确至 0.1 mL)碱溶液放入烧杯中,加入 1 g(精确至 0.01 g)研成粉末的成膜树脂,25℃±1℃下搅拌 1 h,停止搅拌,溶液呈透明、无沉淀即为合格。

4.9 碱溶解速率的测定

4.9.1 版材的制作

称取 20 g(精确至 0.1 g)研成粉末的成膜树脂和 0.2 g(精确至 0.01 g)碱性艳蓝,用适当的丙二醇独甲醚溶解成一定粘度的溶液。用离心涂布式或辊涂方式将其涂布于预先准备好的经过电解氧化处理的铝版基上,涂层质量在 2 g/m² 左右,涂完后在 120℃的烘箱中烘 10 min,取出冷却备用。

4.9.2 涂层单位面积质量的测定

取 4.9.1 制作的版材一块,均匀裁切成 10 cm×10 cm(精确至 1 mm)的试片,用万分之一的天平称量记为 m_3 (精确至 0.1 mg),用丙酮除去涂层,然后于 100℃烘箱中烘 10 min,取出放入干燥器中冷却至室温,再次精确称量试片的质量记为 m_4 。涂层单位面积质量 m_A ,按式(3)进行计算,单位为克每平方米(g/m²):

$$m_A = (m_3 - m_4) / 0.01 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_3 ——未除去涂层的版材质量的数值,单位为克(g);

m_4 ——除去涂层后的版材质量的数值,单位为克(g);

0.01——试片面积的数值,单位为平方米(m²)。

4.9.3 版材碱溶解速率的测定

从 4.9.2 版材上选择三个不同的点,取三块 2 cm×2 cm(精确至 1 mm)的版块,放在碱溶液中浸泡洗净,记录全部洗净的时间 t (精确至 0.01 s)。碱溶解速率按式(4)进行计算,单位为克每平方米每秒[g/(m²·s)]:

$$\text{碱溶解速率} = m_A / t \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_A ——版材涂层单位面积质量的数值,单位为克每平方米(g/m²);

t ——在碱溶液中浸泡洗净的时间的数值,单位为秒(s)。

取三次测试结果的算术平均值作为版材碱溶解速率。

4.10 雾浊点 pH 值的测定

将 1 g(精确至 0.01 g)研成细粉末的成膜树脂溶于 50 mL(精确至 0.1 mL)的 1 mol/L 氢氧化钠水溶液中,将带有玻璃电极的 pH 计(电极经过事先校对)放入溶液中,用 1 mol/L 的盐酸溶液边搅拌边滴定,至溶液发生雾浊且雾浊现象维持 10 s 不消失,此时溶液的 pH 值即为该成膜树脂的雾浊点 pH 值。

4.11 相对重均分子量及分子量分布的测定

4.11.1 仪器及测试条件

——泵:用于凝胶渗透色谱(GPC)分子量测定使用的泵必须确保流动性的流速恒定,流速精密度偏差不允许超过 0.1 %。

——流动相:四氢呋喃(色谱级)。

——流速:1.0 mL/min。

——凝胶色谱柱:用于成膜酚醛树脂测定的色谱柱(“柱组”)由 3 根(或 4 根、5 根)单一的柱子组成,柱组的分离范围在 100~50 000 之间;单个色谱柱规格为:不锈钢,7.8 mm×300 mm,柱效大于 10 000。

——检测器:可以使用示差折光检测器或者紫外-可见光检测器,若是后者,检测波长为 280 nm。

——进样量:可以使用手动或者自动进样器,样品浓度在 0.1 mg/mL~0.5 mg/mL 之间,进样体积 20 μ L。

——计算参比标准:聚苯乙烯标准物。

——色谱工作站:满足凝胶渗透色谱对相对重均分子量及分子量分布计算的要求。

4.11.2 相对重均分子量的测定

4.11.2.1 待仪器稳定后,进样分析。

4.11.2.2 由凝胶色谱工作站计算出成膜酚醛树脂的相对重均分子量 M_w 。

4.11.3 分子量分布的测定

同 4.11.2,由色谱工作站计算出分子量分布 D 。

4.12 包装质量的测定

按 JJF 1070 的规定进行。

5 检验规则

5.1 抽样

以同一个配方、同一次投料为一批。取样时应从每批产品的部分包装桶内各取 20 g~30 g,混成一个样,应不少于 80 g~100 g,将样品装入干净塑料袋中,贴上标签,注明产品名称及批号、取样日期等。

5.2 出厂检验

本标准中第 3 章表 1 中的外观、粘度和软化点为出厂检验项目,其余为型式检验。胶印印刷版材用成膜酚醛树脂应经生产厂质检部门检验合格,附合格证明后方可出厂。

5.3 型式检验

产品生产过程中有下列情况之一时,应进行型式检验,型式检验应包括本标准规定的全部项目:

- 新产品或老产品转厂生产的试制定型鉴定;
- 产品结构、原材料、工艺有较大改变,可能影响产品性能时;
- 产品长期停产后,恢复生产时;
- 长期正常生产,每年进行一次检验;
- 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时;
- 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

5.4 产品验收

经销商或用户有权按本标准规定进行产品验收,经检验合格的产品,应予接收。若经检验有不合格项目,则应加倍取样进行复验,以复验结果为准。

6 标志、包装、运输及贮存

6.1 标志

包装容器应附有标志、标签,注明企业名称、详细地址、商标、规格型号、净含量、生产日期(或批号)、保质期、执行标准,必要时可简要列出使用方法及注意事项。

6.2 包装

产品内包装采用聚乙烯塑料袋,外包装采用纸桶包装,包装规格一般为 25 kg,也可按用户合同要求包装。

6.3 运输及贮存

产品存放于通风、干燥阴凉处,应防潮、防晒、防雨淋,并应隔绝火源,远离热源。

中 华 人 民 共 和 国
化 工 行 业 标 准
胶印印刷版材用成膜酚醛树脂
HG/T 4399—2012

出版发行:化学工业出版社
(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)
化学工业出版社印刷厂
880mm×1230mm 1/16 印张 1/2 字数 11 千字
2013 年 4 月北京第 1 版第 1 次印刷
书号:155025·1467

购书咨询:010-64518888
售后服务:010-64518899
网址:http://www.cip.com.cn
凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调

定价:10.00 元 版权所有 违者!