

ICS 83.080.20

G 32



体 标 准

T/ZZB 1454—2019

胶黏剂用碳五石油树脂

C5 petroleum resin for adhesives

DEFINED
QUALITY

2019 - 12 - 23 发布

2019 - 12 - 31 实施

浙江省品牌建设联合会 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 产品分类	2
5 基本要求	2
6 技术要求	3
7 试验方法	4
8 检验规则	5
9 标志、包装、运输和贮存	6
10 质量承诺	7
附录 A（规范性附录） 明亮度（L 值）的测定	8



前 言

本标准依据GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准的某些内容可能涉及专利，本标准的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由浙江省品牌建设联合会提出并归口管理。

本标准由宁波市标准化研究院牵头组织制定。

本标准主要起草单位：宁波金海晨光化学股份有限公司。

本标准参与起草单位：宁波市标准化研究院、全国塑料标准化技术委员会、中科院宁波材料所、淄博鲁华泓锦新材料股份有限公司、南京源港精细化工有限公司、上海嘉好胶粘制品有限公司（排名不分先后）。

本标准主要起草人：赵全聚、冯秋、周山山、何伟、竺沛弘、竺亚银、吴钱孝、陈克志、刘力荣、张安将、王新武、徐文华、王文敏。

本标准评审专家组长：孙卫萍。

本标准由宁波市标准化研究院负责解释。



胶黏剂用碳五石油树脂

1 范围

本标准规定了胶黏剂用碳五石油树脂的术语与定义、产品分类、基本要求、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存、质量承诺等。

本标准适用于以间戊二烯、异戊烯、碳五抽余液等为主要原料，采用阳离子聚合工艺生产的胶黏剂用碳五石油树脂。

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 262 石油产品和烃类溶剂苯胺点和混合苯胺点测定法
- GB/T 2295 焦化固体类产品灰分测定方法
- GB/T 2895 塑料 聚酯树脂 部分酸值和总酸值的测定
- GB/T 3915 工业用苯乙烯
- GB/T 3959 工业无水氯化铝
- GB/T 4507 沥青软化点测定法 环球法
- 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 11141 工业用轻质烯烃中微量硫的测定
- GB/T 21863 凝胶渗透色谱法（GPC）用四氢呋喃作淋洗液
- GB/T 24138—2009 石油树脂
- GB/T 26125 电子电气产品 六种限用物质（铅、汞、镉、六价铬、多溴联苯和多溴二苯醚）的测定
- HG/T 3660 热熔胶粘剂熔融粘度的测定
- HG/T 3862 塑料黄色指数试验方法
- JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则
- SH/T 0246 轻质石油产品中水含量测定法（电量法）
- SH/T 1784 工业用异戊二烯中微量抽提剂含量的测定 气相色谱法
- SH/T 1786 工业用异戊烯纯度和烃类杂质含量的测定 气相色谱法
- SH/T 1787 工业用异戊烯中含氧化合物的测定 气相色谱法
- SH/T 1790 工业用裂解碳五中烃类组分的测定 气相色谱法
- AfPS GS 2014:01 PAK 在授予 GS 标志的过程中的多环芳烃（PAHs）测试和评估（Testing and assessment of polycyclic aromatic hydrocarbons(PAHs) in the course of awarding the GS mark）

3 术语和定义

GB/T 24138—2009、HG/T 3862界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

明亮度 (L 值) lightness

树脂颜色的亮度,以“L值”表示。L值越高,树脂越通透、明亮,所含不溶性暗色杂质越少。

3.2

混合的甲基环己烷-苯胺点 mixed methylcyclohexane-aniline point (MMAp)

按规定量配制的样品、甲基环己烷、苯胺的混合物的最低平衡溶解温度,以“°C”表示。用于度量待测样品的脂肪质/芳香质特性。

4 产品分类

4.1 按聚合配方中是否含有改性的组分划分:

- a) 碳五石油树脂;
- b) 改性碳五石油树脂。

4.2 按软化点划分:

- a) I型:软化点范围 89 °C~95 °C;
- b) II型:软化点范围 >95 °C~101 °C。

5 基本要求

5.1 设计研发

5.1.1 应具备按客户需求的产品性能要求进行聚合配方的研发与设计的能力。

5.1.2 应具备对生产关键工艺进行优化设计的能力。

5.2 原材料

5.2.1 无水氯化铝应符合 GB/T 3959 的要求。

5.2.2 苯乙烯应符合 GB/T 3915 的要求外,间戊二烯、异戊烯、碳五抽余液原料的质量应符合表 1 的要求。

表1 原材料要求

名称	项目	指标	分析方法
间戊二烯	1,3-戊二烯/(wt%)	≥ 50.0	SH/T 1790
	环戊二烯+双环戊二烯/(wt%)	≤ 1.0	
	甲苯/(wt%)	≤ 0.05	
	水分/(mg/kg)	≤ 250	SH/T 0246
	硫/(mg/kg)	≤ 10	GB/T 11141
异戊烯	2-甲基-2-丁烯+2-甲基-1-丁烯/(wt%)	≥ 99.0	SH/T 1786
	2-甲基-2-丁烯/(wt%)	≥ 93.8	
	甲醇/(mg/kg)	≤ 100	SH/T 1787

表1 (续)

名称	项目	指标	分析方法
异戊烯	二甲醚/(mg/kg)	≤ 100	SH/T 1787
	水分/(mg/kg)	≤ 300	SH/T 0246
碳五抽余液	异戊烯/(wt%)	≥ 20.0	SH/T 1790
碳五抽余液	甲苯/(wt%)	≤ 0.05	SH/T 1790
	二甲基甲酰胺/(mg/kg)	≤ 30	SH/T 1784
	水	无游离水	目测
苯乙烯	水/(mg/kg)	≤ 200	SH/T 0246

5.3 工艺与过程控制

5.3.1 工艺与过程控制应采用集散型控制系统（DCS）和安全仪表系统（SIS）。

5.3.2 生产过程应在密闭容器与管道中进行，聚合釜、终止釜、水洗沉降槽等关键设备应采用耐酸腐蚀的材质。

5.3.3 生产过程中产生的热量应进行回收利用。

5.4 检验检测

5.4.1 应具备软化点、色度（黄色指数）、明亮度、热稳定性、熔融黏度、分子量、分子量分布指数、MMAP、正庚烷容纳度、溴值、酸值、灰分、水分等项目的检测能力。

5.4.2 应配备软化点仪、分光测色仪、气相色谱仪、凝胶渗透色谱仪、旋转粘度计、自动水分卡尔费休测定仪、总硫分析仪等检验检测仪器。

6 技术要求

6.1 理化要求

胶黏剂用碳五石油树脂的理化要求应符合表2的规定。

表2 理化要求

项目	指标			
	碳五石油树脂		改性碳五石油树脂	
	I 型	II 型	I 型	II 型
外观	浅黄色粒状固体，无可见机械杂质			
软化点/℃	89~95	>95~101	89~95	>95~101
色度（黄色指数） ≤	38			
明亮度（L 值） ≥	90			
热稳定性（黄色指数） ≤	80			
熔融粘度（160℃）/(mPa·s)	500~830	>830~1350	500~800	>800~1180
正庚烷容纳度（25℃）/(mL/2g) ≥	15			
MMAP/℃	92~103		70~92	
重均分子量/(g/mol)	1500~2280		1600~2330	

表2 (续)

项目	指标			
	碳五石油树脂		改性碳五石油树脂	
	I 型	II 型	I 型	II 型
Z 均分子量/(g/mol)	≤	5000		
分子量分布指数	≤	2.2		
溴值/(g/100g)		23~40	20~40	
酸值/(mgKOH/g)	≤	0.1		
灰分/%	≤	0.04		

6.2 限量物质要求

胶黏剂用碳五石油树脂的限量物质要求应符合表3的规定。

表3 限量物质要求

项目		限量值
镉/(mg/kg)	<	100
铅/(mg/kg)	<	1000
汞/(mg/kg)	<	1000
六价铬/(mg/kg)	<	1000
多环芳烃	苯并[a]芘/(mg/kg)	< 0.2
	苯并[e]芘/(mg/kg)	< 0.2
	苯并[a]蒽/(mg/kg)	< 0.2
	苯并[b]荧蒽/(mg/kg)	< 0.2
	苯并[j]荧蒽/(mg/kg)	< 0.2
	苯并[k]荧蒽/(mg/kg)	< 0.2
	蒽/(mg/kg)	< 0.2
	二苯并[a, h]蒽/(mg/kg)	< 0.2
	苯并[g, h, i]芘/(mg/kg)	< 0.2
	茚并[1, 2, 3-cd]芘/(mg/kg)	< 0.2
	蒽, 荧蒽, 菲, 芘之和/(mg/kg)	< 1.0
	萘/(mg/kg)	< 1.0
	以上 15 种多环芳烃之和/(mg/kg)	< 1.0

7 试验方法

7.1 外观

在自然光下, 目测。

7.2 软化点的测定

按照GB/T 4507中规定的方法进行测定。

7.3 色度的测定

将样品配制成质量分数为50%的甲苯溶液，以1 cm光程比色皿，采用透射模式，按照HG/T 3862中规定的方法进行测定。

7.4 明亮度（L 值）的测定

按照附录A规定的方法进行测定。

7.5 热稳定性的测定

将25 g样品装入100 mL的烧杯中，置于 (175 ± 2) °C的鼓风烘箱内5小时，取出冷却后配制成质量分数为50%的甲苯溶液，采用透射模式，按照HG/T 3862中规定的方法进行测定。

7.6 熔融粘度的测定

在 (160 ± 2) °C时的熔融粘度，按照HG/T 3660中规定的方法进行测定。

7.7 正庚烷容纳度的测定

按照GB/T 24138—2009中附录B规定的方法进行测定。

7.8 MMAP 的测定

将5.0 g样品与5.0 mL甲基环己烷、10.0 mL苯胺混合于干燥洁净的试管内，按照GB/T 262中规定的方法进行测定。

7.9 分子量及分子量分布指数的测定

按照GB/T 21863中规定的方法进行测定。

7.10 溴值的测定

按照GB/T 24138—2009中附录A规定的方法进行测定。

7.11 酸值的测定

按照GB/T 2895中规定的方法进行测定。

7.12 灰分的测定

按照GB/T 2295中规定的方法进行测定。

7.13 铅、汞、镉、六价铬的测定

按照GB/T 26125规定的方法进行测定。

7.14 多环芳烃的测定

按照AfPS GS 2014: 01 PAK中规定的方法进行测定。

8 检验规则

8.1 检验分类

产品分为出厂检验、型式检验。

8.2 组批与取样

8.2.1 由同一条生产线，在相同的原料配比和相同工艺条件下，以连续法生产并混合均匀的产品为一批，每批不大于 60 t。

8.2.2 取样单元采用 GB/T 6678 中的规定，取样方法采用 GB/T 6679 中的规定进行。每批产品取样量不得少于 500 g。将所取的样品装入两个清洁干燥的塑料袋中，并贴上标签，注明生产厂家、产品名称、生产日期、批号等，一袋由检验部门检验，另一袋作为留样备查。

8.3 出厂检验

8.3.1 产品检验合格并附质量检验报告单方可出厂。质量检验报告单上应标明生产厂名、厂址、产品名称、批号、产品规格、型号、取样日期及检验人等。

8.3.2 本标准的出厂检验项目为外观、软化点、色度、明亮度（L 值）、热稳定性、熔融粘度。

8.3.3 产品出厂检验按批进行，若某项检验结果不符合本标准规定时，应从该产品的包装件中，按两倍于原取样量的标准重新取样，对不合格项目进行复检，以复检结果判定产品结果。

8.4 型式检验

8.4.1 型式检验在下列之一情况下进行：

- a) 新产品试制阶段；
- b) 工艺配方或原料有重大改变时；
- c) 在正常生产情况下重均分子量、Z 均分子量、分子量分布指数每月抽检一次；
- d) 正常投产时，产品型式检验项目每一年检测一次。

8.4.2 型式检验项目为本标准技术要求的全部项目。

8.4.3 若某项检验结果不符合本标准规定时，应从留样中重新取样，进行复检，以复检结果判定产品结果。

9 标志、包装、运输和贮存

9.1 标志

每批产品应有质量检验报告单，外包装件上应有清晰、牢固的标志，标明产品商标、名称、型号、批号、净含量及生产单位等。

9.2 包装

应采用牛皮纸袋、纸塑复合袋或柔性集装袋包装。包装材料应保证在运输、码放、贮存时不污染和泄漏，每袋净含量 25 kg、500 kg、625 kg，如顾客有其它要求按签订合同执行。净含量的计量要求应按 JJF 1070 规定执行。

9.3 运输

本产品为非危险品。在运输和装卸过程中严禁使用铁钩等锐利工具，切忌抛掷。运输工具应保持清洁、干燥并备有厢棚或苫布。运输时不得与沙土、碎金属、煤炭及玻璃等混合装运，更不可与有毒及腐蚀性或易燃物混装。严禁在阳光下暴晒或雨淋。

9.4 贮存

本产品应贮存在通风、阴凉、干燥、清洁并保持有良好消防设施的仓库内。贮存时，产品应离地、离墙10 cm~20 cm，码垛高度应小于3 m，垛与垛之间应有适当间隔，防止受潮，防止阳光直接照射。仓库环境温度应不大于35 ℃。

10 质量承诺

10.1 在正常的运输和贮存条件下，产品自出厂之日起 12 个月内，若由生产商原因造成的质量问题，应免费更换或退货。

10.2 用户对产品质量有异议时，生产商应在 24 小时内做出响应和处理，为用户提供服务或解决方案。



附 录 A
(规范性附录)
明亮度 (L 值) 的测定

A.1 方法概述

用甲苯溶解样品, 通过过滤使样品中不溶于甲苯中的杂质留在滤纸上, 通过分光测色仪的反射模式测定过滤后滤纸的L值。

A.2 试剂与材料

A.2.1 甲苯: 分析纯, 过滤200 mL后的滤纸, 其L值应达到96以上。

A.2.2 中速定性滤纸: 直径9 cm, 通过分光测色仪测试, L值应达到96以上。

A.3 仪器

A.3.1 分光测色仪: 可测定去除镜面反射模式。

A.3.2 天平: 分度0.01 g。

A.3.3 振荡器。

A.3.4 真空泵。

A.3.5 布氏漏斗: 直径9 mm。

A.3.6 抽滤瓶: 1000 mL。

A.3.7 碘量瓶: 500 mL。

A.4 分析步骤

A.4.1 称取 $100.00\text{ g} \pm 0.50\text{ g}$ 样品于碘量瓶中, 加入 $200\text{ mL} \pm 10\text{ mL}$ 甲苯, 置于振荡器上慢速振荡, 直至样品溶解完全。

A.4.2 开启分光测色仪, 选择去除镜面反射模式, 分别用光阱和空白的滤纸于反射镜前进行校正。

A.4.3 将滤纸平铺在布氏漏斗中, 将漏斗的滤塞塞入滤瓶, 连通真空泵, 用甲苯润湿滤纸。

A.4.4 过滤样品溶液, 然后用少量甲苯润洗碘量瓶三次, 润洗液一并过滤, 使不溶于甲苯的细小颗粒全部转移至滤纸上。

A.4.5 关闭真空泵, 小心将滤纸从漏斗中取出, 并自然干燥 (甲苯挥发完), 注意不要使滤纸上的颗粒掉落。

A.4.6 将过滤后的滤纸置于反射口, 进行L值测定。做三次测定, 每次测定更换不同的滤纸区域, 记录L值。

A.4.7 取三次测试的平均值作为样品的L值, 结果保留至整数。

A.5 结果表示

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于1。

