

ICS 83.060

CCS G35

C I E S C

团 体 标 准

T/CIESC XXXX—XXXX

高羟值端羟基聚丁二烯

Specification for hydroxyl-terminated polybutadiene with high
hydroxyl value

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一同附上

（征求意见稿）

（本稿完成日期：2025 年 9 月）

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国化工学会 发布

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这些专利的责任。

本文件由中国化工学会提出并归口。

本文件起草单位：黎明化工研究设计院有限责任公司、中国石油天然气股份有限公司兰州化工研究中心、西北工业大学、内蒙合成化工研究所联合体。

本文件主要起草人：崔小军、张有恒、刘明雪、赵小红、匙丹丹、王锋、谢君健、魏子力。

高羟值端羟基聚丁二烯

警示：本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了端羟基聚丁二烯（HTPB）的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存要求。

本文件适用于以丁二烯为主要原料，通过自由基聚合工艺生产的端羟基聚丁二烯（HTPB），主要用于固体火箭推进剂、胶粘剂、密封材料及涂料等领域。

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/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 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 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

GJB 1886-1994 标准溶液的制备及标定

GJB 1965-1994 端羟基聚丁二烯分子量及分子量分布的测定 凝胶渗透色谱法

JJG 877-1994 中华人民共和国国家计量检定规程 蒸气压渗透仪

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分类

按羟值的大小，本产品分为HHTI型、HHTII型、HHIII型。

5 要求

5.1 外观

本产品外观应无色或淡黄色透明液体，无目视可见杂质。

5.2 理化性能

本产品的理化性能应符合表1的要求。

表1 理化性能要求

项目		HTI 型	HTII 型	HTIII 型
羟值/(mmol/g)		0.80~0.87	0.88~1.00	1.01~1.50
粘度/(Pa·s)	40℃	≤3.0	≤2.5	≤2.0
	30℃	≤6.0	≤5.0	≤4.0
数均分子量 (×10 ³)/(g/mol)		2.10~3.00	1.80~2.80	1.30~2.50
碘值 (I ₂ /100g)/g		400~460		
水质量分数/%		≤0.05		
挥发物质量分数/%		≤0.50		
酸值/(mgKOH/g)		≤0.60		
过氧化物质量分数/%		≤0.05		
D 值 (十八角激光散射)		≤2.3		
VCH 含量/ppm		≤100		

6 试验方法

除另有规定，所用试剂的级别应在分析纯（含分析纯）以上，试验用水应符合GB/T 6682中三级水的规格。所需标准溶液和制剂的制备应符合GB/T 601、GB/T 603的规定。

6.1 外观

试样置于无色玻璃容器内，以目视法检验。

6.2 羟值的测定

6.2.1 原理

过量的乙酸酐在对甲苯磺酸催化下与试样作用，反应完毕后，水解剩余的乙酸酐，用氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液滴定生成的乙酸。

6.2.2 试剂和溶液

6.2.2.1 苯；

6.2.2.2 酰化剂：乙酸酐—对甲苯磺酸—乙酸乙酯溶液

称取对甲苯磺酸2.5g，准确至0.1g。置于预先盛有200mL乙酸乙酯的滴定瓶中，摇动使其溶解，加入15mL乙酸酐，充分混匀备用。该酰化剂5d内有效

6.2.2.3 吡啶溶液：ω=75%；

6.2.2.4 氢氧化钾—乙醇标准滴定溶液：c(KOH)约为0.2mol/L，按GJB 1886-1994中第5.5条规定的方法进行配制和标定；

6.2.2.5 酚酞指示液：ρ=5g/L。

6.2.3 仪器和设备

6.2.3.1 碘量瓶：250mL；

6.2.3.2 多孔恒温水浴。

6.2.4 测定步骤

称取约1.3g试样（准确至0.0001g）置于碘量瓶（6.1.3.1）中，加入5.00mL酰化剂（6.1.2.2），用橡皮圈箍紧瓶塞，待试样完全溶解后，置于（50±1）℃多孔恒温水浴（6.1.3.2）中，加热30min，中间摇动2次～3次。冷却后加入2mL水，使其充分混合，再加入2mL吡啶溶液（6.1.2.3），盖紧瓶塞，再置于多孔恒温水浴中，加热10min，中间摇动2次～3次，反应完毕。冷却后，加入25mL苯（6.1.2.1）和5滴酚酞指示液（6.1.2.5），用氢氧化钾—乙醇标准滴定溶液（6.1.2.4）滴定至出现粉红色，30s内不消失即为终点。按同样测定步骤作空白试验。

6.2.5 结果计算

羟值应按公式（1）计算：

$$X = \frac{(V_0 - V) \times c}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X ——试样的羟值，单位为毫摩尔每克（mmol/g）；

V_0 ——空白试验消耗氢氧化钾—乙醇标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V ——测定试样消耗氢氧化钾—乙醇标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c ——氢氧化钾—乙醇标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

m ——试样的质量，单位为克（g）。

两次平行测定值之差应不大于0.030mmol/g，取其算术平均值为测定结果。

6.3 粘度的测定

6.3.1 仪器和设备

6.3.1.1 旋转式粘度计：最大测量误差±5%，其它测量误差满足要求的仪器也可采用，所用仪器应用标准粘度油定期标定；

6.3.1.2 超级恒温水浴：温度波动范围为±0.5℃；

6.3.1.3 温度计：分度值为0.1℃。

6.3.2 测定步骤

根据试样粘度大小，选择适宜的测量容器、转子及转速。使读数在刻度盘20%～80%范围内。将足够数量的试样（均匀无气泡）置于测量容器中，在搅拌下将测量容器中的试样和转子在（40±0.5）℃恒温30min。打开测量开关，记录仪表读数。

6.3.3 结果计算

按仪器说明书中规定的方法进行计算，试验结果应保留至1位小数。

6.4 数均分子量的测定

6.4.1 方法一：蒸气压渗透法（VPO法）（仲裁法）

6.4.1.1 试剂和溶液

6.4.1.1.1 苯；

6.4.1.1.2 三氯甲烷；

6.4.1.1.3 联苯酐(或八乙酰蔗糖)，经国家标准物质研究中心认可的标样。

6.4.1.1.4 溶剂：苯或三氯甲烷；

6.4.1.1.5 联苯酐(或八乙酰蔗糖)标准样—苯(或三氯甲烷)溶液浓度范围：(0.10 ~2.50) g/kg[或(0.5~6.5) g/kg] (参照 JJG 877-1994 附录 1)；

6.4.1.1.6 试样—苯(或三氯甲烷)溶液浓度范围：(5.50~28.50) g/kg(参照 JJG 877-1994 附录 1)。

6.4.1.2 仪器

6.4.1.2.1 蒸气压渗透仪(VPO)；

6.4.1.3 测定步骤

6.4.1.3.1 仪器常数的标定：按照 JJG 877-1994 中第 13.1 条规定的方法进行标定。其中重复测定三次的极差应不大于 0.3 分度值。仪器常数应至少每年标定一次，若测量条件和系统发生变化或间隔较长时间再次使用时，应重新标定仪器常数。检测室温度、升温时间、操作时间应符合仪器说明书中的规定。

6.4.1.3.2 试样的测定：配制至少四个浓度不同的试样溶液(6.5.1.1.6)，按浓度由低到高的顺序依次进行测定。测定时应先用被测溶液约 5~6 滴，冲洗测定溶液用热敏电阻探头，然后按 6.5.1.3.1 中的方法进行测定并记录。

6.4.1.4 结果计算

按蒸气压渗透仪说明书中规定的方法进行计算。数均分子量的测定结果取三位有效数字，本方法的最大测定误差允许±10 %。

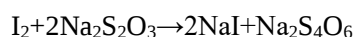
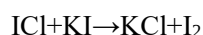
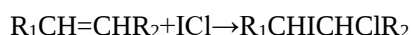
6.4.2 方法二：凝胶渗透色谱法(GPC 法)

按 GJB 1965-1994 中规定的方法进行。

6.5 碘值的测定

6.5.1 方法原理

在一定条件下，过量的氯化碘可与端羟基聚丁二烯的碳碳双键发生定量加成，未反应的游离氯化碘与过量碘化钾作用生成单质碘，用淀粉作指示剂，硫代硫酸钠为标准滴定溶液滴定碘，从而计算出端羟基聚丁二烯的碘值。具体反应如下：



6.5.2 试剂和溶液

6.5.2.1 韦氏试剂；

6.5.2.2 碘化钾溶液：称取 15.0g 碘化钾溶于 100mL 水；

6.5.2.3 三氯甲烷；

6.5.2.4 硫代硫酸钠标准溶液： $c=0.1\text{mol/L}$ ；

6.5.2.5 淀粉指示剂： $\rho=5\text{ g/L}$ 。

6.5.3 仪器和设备

6.5.3.1 电热鼓风干燥箱；

6.5.3.2 分析天平：精确至 0.0001 g；

6.5.3.3 碘量瓶：250 mL，玻璃材质，具密封盖；

6.5.3.4 移液管：10 mL，玻璃材质

6.5.3.5 容量瓶：100 mL，玻璃材质；

6.5.3.6 酸碱两用滴定管：25 mL

6.5.3.7 磁力搅拌器

6.5.4 测定步骤

准确称取 0.3 g 端羟基聚丁二烯样品（精确至 0.0001 g）置于干燥的容量瓶（6.9.3.5）中，加入三氯甲烷（6.9.2.3）使其完全溶解并定容至刻线。用移液管（6.9.3.4）移取 10 mL 该试样加入碘量瓶（6.9.3.3.）中，再加入 20 mL 三氯甲烷，摇匀。再用移液管移取 10 mL 韦氏试剂（6.9.2.1）加入碘量瓶中，盖紧瓶塞，使其充分混合，并用橡胶带箍紧瓶塞。在瓶塞与瓶口之间加适量 15% 碘化钾溶液（6.9.2.2）（密封瓶口，以防止碘挥发造成测定误差）。在 20℃～30℃ 之间于暗处放置一定时间。小心打开瓶塞，使瓶塞旁的碘化钾溶液流入瓶内，加入 15 mL 碘化钾和 50 mL 水将瓶口液体冲入瓶内。用硫代硫酸钠标准溶液（6.9.2.4）滴定至黄色接近消失，加 2 mL 淀粉指示剂（6.9.2.5），继续滴至蓝色刚好消失即为终点。同时做空白试验。

6.5.5 结果计算

碘值按公式(2)计算： 每 100 g 试样所消耗碘的质量（g）。

$$\omega_1 = \frac{c(V_0 - V) \times 0.1269}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c ——硫代硫酸钠标准溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_0 ——滴定空白试样用去的硫代硫酸钠标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V ——滴定试样用去的硫代硫酸钠标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样溶液中样品克数，单位为克（g）。

6.6 水质量分数的测定

本标准规定卡尔·费休法为测定 HTPB 产品水质量分数的方法。

6.6.1 卡尔·费休法

6.6.1.1 方法原理

存在于试样中的水与已知水滴定度的卡尔·费休试剂进行定量反应。

6.6.1.2 试剂

6.6.1.2.1 碘；

- 6.6.1.2.2 二氧化硫：经浓硫酸干燥；
- 6.6.1.2.3 无水甲醇；
- 6.6.1.2.4 吡啶；
- 6.6.1.2.5 氯苯；
- 6.6.1.2.6 氯苯—无水甲醇溶液：按 1：1 体积混合；
- 6.6.1.2.7 卡尔·费休试剂

溶液 I：将含有 670mL 无水甲醇的 1L 具塞的棕色玻璃瓶置于冷水浴中，加 85g 碘，准确至 0.1g。塞上瓶塞，摇动使碘全部溶解。

溶液 II：在冰浴冷却下，向 270mL 吡啶中慢慢通入经浓硫酸干燥过的二氧化硫 80g。

在冰浴冷却下，将溶液 II 慢慢倒入溶液 I 中，充分混匀蜡封，放置暗处 24h 后使用。每日使用时标定。

注：上述试剂中无水甲醇、吡啶、氯苯的处理按 GB/T 6283-1986 中第 4.1 条规定的方法。

6.6.1.3 仪器

- 6.6.1.3.1 微量滴定管：2mL，分度值 0.01 mL；
- 6.6.1.3.2 微量水分测定仪；
- 6.6.1.3.3 医用注射器：5mL。

6.6.1.4 测定步骤

6.6.1.4.1 卡尔·费休试剂水滴定度(T)的标定：

于微量水分测定仪的滴定容器中，注入无水甲醇至浸没铂电极，接通电源，按仪器说明书调节仪器，滴入卡尔·费休试剂，使其与容器内甲醇中的微量水反应，直到电流表指针作一定偏转，并至少保持稳定 1min。

卡尔·费休试剂水滴定度(T)的标定及计算采用 GB/T 6283-1986 中 7.2.1.2 条和 7.3.1 条规定的方法。

6.6.1.5 测定步骤

6.6.1.5.1 试样溶液的配制：称取约 3g 试样(m_3)，准确至 0.0001g，置于干燥、洁净的带橡皮塞的玻璃小瓶中，盖好瓶塞，用注射器注入 5mL 氯苯，称量(m_4)，准确至 0.0001g，同时计算出氯苯质量(m_5)，溶解后用注射器抽取 5mL 试样溶液，将注射器针尖扎入橡皮塞，以防漏液，称量，准确至 0.0001g，放入干燥器中备用；

6.6.1.5.2 用注射器抽取 5mL 氯苯，将针尖扎入橡皮塞，称量，准确至 0.0001g，放入干燥器备用；

6.6.1.5.3 通过废液出口将滴定容器中标定水滴定度用甲醇残液放完，重新注入氯苯—无水甲醇混合液于反应瓶中，浸没铂电极。接通电源，滴入卡尔·费休试剂，使其与氯苯—无水甲醇溶液中的微量水反应，直到电流表指针达到同样偏转。然后迅速将约 1.5mL 氯苯(4.6.2.3.2 b)注入反应瓶，取下后称量，准确至 0.0001g，用减量法计算进样量(m_1)，滴入卡尔·费休试剂，反应完毕，记录消耗卡尔·费休试剂的体积(V_1)。重复测定 2~3 次。继之，迅速将约 1.5mL 试样溶液注入反应瓶，取下后称量，准确至 0.0001g，用减量法计算进样量(m_2)，滴入卡尔·费休试剂，反应完毕，记录消耗卡尔·费休试剂的体积(V_2)。重复测定 2~3 次。

6.6.1.6 结果计算

溶剂中水质量分数应按公式（3）计算：

$$\omega_1 = \frac{T \times V_1}{m_1 \times 1000} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：

ω_1 ——溶剂中水质量分数，单位为百分数（%）；

T ——卡尔·费休试剂的水滴定度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

V_1 ——测定溶剂氯苯消耗卡尔·费休试剂的体积，单位为毫升（mL）；

m_1 ——溶剂质量，单位为克（g）。

试样溶液中水质量分数应按公式（4）计算：

$$\omega_2 = \frac{T \times V_2}{m_2 \times 1000} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中：

ω_2 ——试样溶液中水的质量分数，单位为百分数（%）；

T ——卡尔·费休试剂的水滴定度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

V_2 ——测定试样溶液消耗卡尔·费休试剂的体积，单位为毫升（mL）；

m_2 ——试样溶液的质量，单位为克（g）。

试样中水质量分数应按公式（5）计算：

$$\omega_3 = \frac{\omega_2 m_4 - \omega_1 m_5}{m_3} \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中：

ω_3 ——试样中水的质量分数，单位为百分数（%）；

m_4 ——配制的试样溶液的质量，单位为克（g）；

m_5 ——配制试样溶液所用溶剂的质量，单位为克（g）；

m_3 ——试样的质量，单位为克（g）。

两次平行测定值之差应不大于0.010%，取其算术平均值为测定结果。

6.7 挥发物质量分数的测定

6.7.1 方法原理

在真空条件下，加热使试样中的挥发性组份逸出，然后根据试样质量的减少计算出试样中挥发物的含量。

6.7.2 仪器和设备

6.7.2.1 电热真空干燥箱：温度范围 200℃；

6.7.2.2 真空泵；

6.7.2.3 称量瓶： $\phi 30\text{mm} \times 50\text{mm}$ ；

6.7.3 操作步骤

称取约2g试样，准确至0.0002g，置于恒重的称量瓶（6.6.2.3）内，放入电热真空干燥箱（6.6.2.1）。然后开启真空泵（6.6.2.2），同时将电热真空干燥箱温度调至 $(100\pm 2)^{\circ}\text{C}$ ，在保持温度 $(100\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 、箱内余压为 $(0.003\pm 0.001)\text{MPa}$ 条件下，烘干1.5h。慢慢打开放空阀，使电热真空干燥箱呈常压状态后，趁热取出称量瓶，放入干燥器内，放置约30min，待试样冷却至室温时称量。

6.7.4 结果计算

挥发物质量分数应按公式（6）计算：

$$\omega = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

ω ——试样中挥发物的质量分数，单位为百分数（%）；

m_1 ——干燥前试样和称量瓶的质量，单位为克（g）；

m_2 ——干燥后试样和称量瓶的质量，单位为克（g）；

m ——试样质量，单位为克（g）。

两次平行测定值之差应不大于0.07%，取其算术平均值为测定结果。

6.8 酸值的测定

6.8.1 方法原理

试样溶解于四氢呋喃（THF）—乙醇溶液中，以酚酞为指示液，用氢氧化钾—乙醇标准滴定溶液直接滴定。

6.8.2 试剂和溶液

6.8.2.1 THF（纯度 $\geq 99.95\%$ ，水质量分数 $\leq 0.02\%$ ）；

6.8.2.2 乙醇95%（分析纯）；

6.8.2.3 THF—乙醇溶液（体积比）：4:1；

6.8.2.4 氢氧化钾—乙醇标准滴定溶液： $c(\text{KOH})=0.02\text{mol/L}$ ；

6.8.2.5 酚酞乙醇指示液： $\rho=10\text{g/L}$ 。

6.8.3 仪器和设备

6.8.3.1 碘量瓶：250 mL

6.8.3.2 微量滴定管：5mL，分度值为0.02mL；

6.8.3.3 锥形瓶：250 mL；

6.8.3.4 量筒：50mL；

6.8.4 测定步骤

称取约5g试样，精确至0.0001g，置于碘量瓶（6.8.3.1）中。用量筒量取40mL THF—乙醇溶液（6.8.2.3），加入盛有试样的碘量瓶中，放入搅拌子使试样充分溶解。加入5滴酚酞乙醇指示液（6.8.2.5），用氢氧化钾—乙醇标准滴定溶液（6.8.2.4）滴定至微红色，保持15s不褪色为终点。同时作空白试验。

6.8.5 结果计算

酸值按公式(7)计算:

$$A = \frac{(V - V_0) \times c \times 56.1}{m} \dots\dots\dots (7)$$

式中:

- A——酸值, 单位为毫克氢氧化钾每克 (mgKOH/g) ;
- V——试样滴定时消耗氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (ml) ;
- V₀——空白滴定时消耗氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (ml) ;
- c ——氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L) ;
- m ——试样质量, 单位为克 (g) ;
- 56.1——1mol氢氧化钾质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) 。

重复性精密度见表2。

表2 酸值测定的重复性精密度

酸值/(mgKOH / g)	允许误差/(mgKOH / g)
0.2 以下	0.02
0.2~1.0	0.06
1.0 以上	0.10

6.9 过氧化物质量分数的测定

6.9.1 原理

在一定条件下, 过氧化物与碘离子反应, 生成碘, 然后用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定生成的碘。

6.9.2 试剂和溶液

- 6.9.2.1 冰乙酸;
- 6.9.2.2 三氯甲烷;
- 6.9.2.3 碘化钾;
- 6.9.2.4 甲醇;
- 6.9.2.5 硫代硫酸钠;
- 6.9.2.6 碘化钾溶液: 称取 20.0g 碘化钾溶于 100mL 甲醇溶液 (ϕ_{甲醇}=75%) ;
- 6.9.2.7 硫代硫酸钠标准滴定溶液: c(Na₂S₂O₃)=0.01mol/L; 用 0.1mol/L 已知浓度的标准溶液稀释;
- 6.9.2.8 淀粉指示液: ρ =5g/L。

6.9.3 仪器

- 6.9.3.1 回流冷凝器: L=500mm, 带有标准磨头;
- 6.9.3.2 碘量瓶: 250mL, 带有标准磨口;
- 6.9.3.3 磁力加热搅拌器。

6.9.4 测定步骤

称取约5g试样，准确至0.0001g，置于碘量瓶（6.3.3.3）中，加入25mL三氯甲烷（6.3.2.2），5mL冰乙酸（6.3.2.1）和10mL碘化钾溶液（6.3.2.6），放入一只搅拌子，将碘量瓶与回流冷凝器（6.3.3.2）连接，置于磁力加热搅拌器（6.3.3.4）上，在搅拌下将瓶内液体煮沸3min，然后立即移入冰浴或冷水浴中冷却。用25mL水洗涤回流冷凝器和碘量瓶的瓶壁，取出碘量瓶并拆去回流冷凝器，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定（6.3.2.7）至溶液呈淡黄色，加入3mL淀粉指示液（6.3.2.8），继续滴定至蓝色消失即为终点。

6.9.5 结果计算

过氧化物质量分数应按公式（8）计算：

$$\omega = \frac{0.017 \times V \times c}{m \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中：

ω ——试样中过氧化物的质量分数，以 H_2O_2 计，单位为百分数（%）；

V ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

m ——试样的质量，单位为克（g）；

0.017——与1.00mL硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(Na_2S_2O_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的过氧化氢的质量。

两次平行测定值之差应不大于0.010%，取其算术平均值为测定结果。

6.10 D值的测定

6.10.1 方法原理

光是一种电磁波，其电场和磁场的振动方向互相垂直且同垂直于光的传播方向。当一束光（入射光）通过质点（原子或分子）时，因为质点的分子是由原子组成的，而原子具有原子核和核外电子，在光波的电场作用下，分子中的电子产生强迫振动，成为二次波源，向各个方向发射电磁波，这种波就称为散射光。散射光方向与入射光方向间的夹角成为散射角，用 θ 表示。散射光强度正比于摩尔质量、浓度、折光指数增量的平方。

6.10.2 仪器设备

6.10.2.1 十八角激光散射仪：

6.10.2.2 凝胶渗透色谱（GPC）：

6.10.3 试剂和溶液

6.10.3.1 有机相体系准备

HPLC级溶剂：建议使用0.22 μm 滤膜过滤（进口试剂视具体情况而定）。

6.10.3.2 样品浓度配制（定量环 100 μL ）

分子量 $\sim 200\text{kDa}$ ：1 mg/mL $\sim$ 2 mg/mL；分子量 $\sim 30\text{kDa}$ ：2 mg/mL $\sim$ 5 mg/mL。

6.10.4 操作步骤

6.10.4.1 分别依次打开泵、柱温箱(设定温度)、自动进样器、示差检测器、多角度激光光散射检测器电源及计算机。待仪器正常开机后,打开工作站软件 Astra。

6.10.4.2 开启泵,使用流动相泵,冲洗系统 5min。

6.10.4.3 将其流速调至 0.1mL/min; 每 1min~2min 提高 0.1mL 的速度,将流速调整至 0.4 mL/min~0.5 mL/min,充分平衡系统;

注:一般平衡时间在 3 h~12 h。

6.10.4.4 将已配制样品,通过进样系统进样。

6.10.4.5 一旦进样系统进样。Astra 软件自动开始采集数据;当数据采集完毕;软件根据事先设定时间运行至停止。也可采用手动停止的方式。

6.10.4.6 待数据采集完毕,数据保存,命名文件, 数据处理。

6.10.4.7 查看 report。其结果应与已知分子量差别不大于 5%。

6.11 VCH 含量

6.11.1 方法原理

在一定温度下,顶空瓶内样品中挥发性有机物向液上空间挥发,产生蒸气压,在气液固三相达到热力学动态平衡后,气相中的挥发性有机物经气相色谱分离,用火焰离子化检测器检测。以保留时间定性,外标法定量。

6.11.2 试剂

4-乙烯基-1-环己烯: A. R.

6.11.3 仪器

6.11.3.1 气相色谱仪: Agilent 7890A (毛细管柱);

6.11.3.2 顶空进样器: Agilent 7697A;

6.11.3.3 色谱工作站: Chem Station;

6.11.3.4 色谱柱: Agilent HP-5, 30m×320μm×0.25μm;

6.11.3.5 分析天平: 精确至 0.0001g;

6.11.3.6 钳口瓶: 20mL。

6.11.4 分析步骤

6.11.4.1 色谱条件

6.11.4.1.1 载气: 高纯 N₂; 流速: 4mL/min;

6.11.4.1.2 燃气: 高纯 H₂, 40ml/min;

6.11.4.1.3 助燃气: 空气, 400ml/min;

6.11.4.1.4 柱炉温度: 100℃;

- 6.11.4.1.5 检测器温度：250℃；
- 6.11.4.1.6 汽化室温度 200℃；
- 6.11.4.1.7 尾吹：25mL /min ；
- 6.11.4.1.8 隔垫清扫：3mL/min；
- 6.11.4.1.9 分流比 10:1。

6.11.4.2 顶空条件

- 6.11.4.2.1 加热箱温度：120 ℃；
- 6.11.4.2.2 定量环温度：125 ℃；
- 6.11.4.2.3 传输线温度：130 ℃；
- 6.11.4.2.4 样品平衡时间：25 min。

6.11.4.3 定量方法： 外标法。

6.11.4.4 操作步骤

6.11.4.4.1 仪器的开启与调节如下：

- a) 开载气开关阀，调节载气稳流阀，将载气流量调至需要值；
- b) 开氢气开关阀，空气发生器；
- c) 开启主机电源开关；
- d) 开启 7697A 顶空进样器，按照顶空条件设置温度和时间，编辑序列；
- e) 打开工作站，联机，按照色谱条件设定各项参数；
- f) 待所有控制温度稳定后，仪器自动点火，观察基线走势，待仪器稳定后即可运行序列。

6.11.4.4.2 求取校正因子

6.11.4.4.2.1 标样的配制

于烧杯中称取50g丁羟样品，加0.035g 4-乙烯基-1-环己烯，充分搅拌均匀。称取约0.5g加标样品于钳口瓶中，放入顶空进样器，运行序列。

6.11.4.4.2.2 计算校正因子

计算校正因子见式（9）。

$$f = \frac{\omega}{A} \dots\dots\dots (9)$$

式中：
f——表示VCH的校正因子；
ω——表示标样中VCH的百分含量；
A——表示标样中VCH对应的峰面积。

6.11.4.4.2.3 试样的测定

称取约0.5g样品于钳口瓶中，放入顶空进样器。运行序列。利用校正因子和VCH的峰面积计算VCH含量，具体计算方法见式（10）。

$$\omega = f \times A \dots\dots\dots (10)$$

式中：
ω—表示样品中VCH的含量，%；
f—表示5.2.2中计算的VCH校正因子；
A—表示样品中VCH对应的峰面积。

7 检验分类

本产品检验为型式检验和质量一致性检验。

7.1 检验项目

型式检验和出厂检验的检验项目按表3的规定进行。有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 首次生产时；
- b) 原材料、配方、工艺或生产条件发生变化时；
- c) 承制方转产或停产一年后恢复生产是；
- d) 每批合批检验时；
- e) 合同有规定时。

表3 检验项目

检验项目	型式检验	出厂检验	要求章条号	试验方法章条号
外观	●	●	5. 1	6. 1
羟值	●	●	5. 2	6. 2
粘度	●	●		6. 3
数均分子量	●	—		6. 4
碘值	●	—		6. 5
水质量分数	●	●		6. 6
挥发物质量分数	●	●		6. 7
酸值	●	—		6. 8
过氧化物质量分数	●	●		6. 9
D值（十八角激光散射）	●	—		6. 10
VCH含量	●	—		6. 11
注：●为检验项目；—为不检项目。				

7.2 组批和抽样方案

7.2.1 组批

一次间歇生产的产品为一单批。由同一工艺过程生产的若干单批经检验合格后混合均匀的产品为一组合批。

7.2.2 抽样方案

单批产品每批抽取一个单元数，组合批按表4随机抽样。

表4 检验取样表

每一检查批的包装单元数	选取的最少单元数
1~3	1
4~40	3
41~65	4
66~100	5
100 以上	8

7.3 判定规则

若检验结果均符合第5章规定的要求，即为合格。若出现不合格项，则应双倍抽样对不合格项进行复检，若复检合格，则判该批产品合格；若复检仍不合格，则判该批产品为不合格。

8 标签、标志及随行文件

8.1 标签、标志

包装上应有防潮、防晒、防破碎、防倒置的标记。每个包装容器内必须具有标签，内容如下：产品名称或代号、本标准名称或编号、批号或桶号、净质量、检验日期、生产日期和生产单位。

产品出厂应附有合格证和质量证明书，质量证明书内容包括：本标准编号、生产单位、产品名称或代号、批号、生产日期、净质量、检验结果、检验者及检验部门盖章。

9 包装、运输和贮存

9.1 包装

产品包装分为四种分别是：50L桶包装，200L钢桶包装，吨桶包装和槽车包装，包装桶应洁净、干燥，封口严密。包装桶装填系数不大于0.95，灌装后必须立即盖严。

9.2 运输

HTPB应按一般化学品运输。可用汽车、火车、飞机或轮船运输。运输过程中应防水、防晒。

9.3 贮存

HTPB应密闭贮存在通风、干燥的库房内，贮存温度范围应为-20℃~+38℃，并应隔绝火源，远离热源。该产品从生产之日起每12个月应按本标准规定进行重新检验，若检验结果符合本标准要求时，仍可继续使用。

本标准版权归中国化工学会所有。除了用于国家法律或事先得到
中国化工学会文字上的许可外，不许以任何形式复制该标准。

中国化工学会地址：北京市朝阳区安定路 33 号化信大厦 B 座 7 层

邮政编码：100029 电话：010-64455951 传真：010-64411194

网址：www.ciesc.cn