

ICS 83.080.20

CCS G17

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXX—XXXX

胶片用聚乙烯醇缩丁醛树脂

Polyvinyl butyral resin for film

(报批稿)

XXXX - - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 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专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国塑料标准化技术委员会通用方法和产品分会（SAC/TC15/SC4）归口。

本文件起草单位：安徽皖维高新材料股份有限公司、中蓝晨光成都检测技术有限公司、建滔（佛冈）特种树脂有限公司、中广核俊尔（浙江）新材料有限公司、雅波拓（福建）新材料有限公司、东莞市起点信息科技有限公司、江西天城高新材料有限公司。

本文件主要起草人：辛春、陈建旭、张彦君、沈雪峰、张磊、付萍、谢远波、潘建东。

胶片用聚乙烯醇缩丁醛树脂

1 范围

本文件规定了胶片用聚乙烯醇缩丁醛树脂（以下简称“PVB树脂”）的分类、要求、试验方法、检验规则、标志和随行文件、包装、运输和贮存。

本文件适用于汽车级、建筑级胶片用PVB树脂。

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 191 包装储运图示标志

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 2410 透明塑料透光率和雾度的测定

GB/T 3682.1 塑料 热塑性塑料熔体质量流动速率（MFR）和熔体体积流动速率（MVR）的测定第1部分：标准方法

GB/T 6284 化工产品中水分测定的通用方法 干燥减量法

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB 11614 平板玻璃

GB/T 12010.8 塑料 聚乙烯醇材料（PVAL）第8部分：透明度测定

GB/T 23771 无机化工产品中堆积密度的测定

HG/T 3862 塑料黄色指数试验方法

3 术语与定义

下列术语与定义适用于本文件。

3.1

胶片用聚乙烯醇缩丁醛树脂 Polyvinyl butyral resin for film

聚乙烯醇和正丁醛在强酸（如盐酸、硫酸）作催化剂的作用下，进行缩合反应，通过水洗、干燥后制得的胶片用合成树脂。

4 分类

4.1 胶片用PVB树脂按应用领域分为：汽车级、建筑级。

5 要求

5.1 外观要求

PVB 树脂外观应为白色粉末无可见杂质。

5.2 通用技术要求

PVB 树脂的通用技术要求见表 1。

表 1 PVB 树脂通用技术要求

序号	项目	指 标	
		汽车级	建筑级
1	挥发分, %	≤2.0	
2	羟基, %	17.0~20.0	
3	氯化氢, %	≤0.01	
4	黏度, mPa·S	190~280	
5	透明度, %	≥94.0 (430nm 波长); ≥97.0 (660nm 波长)	
6	熔体质量流动速率 (120℃、21.6kg), g/10min	0.80~2.20	
7	雾度, %	≤0.60	≤0.80
8	透光率, %	≥88.0	
9	堆积密度, g/cm ³	≥0.200	
10	黄色指数 (b 值)	≤3.0	

6 试验方法

6.1 挥发分

按 GB/T 6284 规定的方法进行测定。

6.2 羟基

按附录 A 规定的方法进行测定。

6.3 氯化氢

按附录 B 规定的方法进行测定。

6.4 黏度

按附录 C 规定的方法进行测定。

6.5 透明度

按附录 C.3.1 的规定制备试样，按 GB/T 12010.8 规定的方法进行测定。

6.6 熔体质量流动速率

6.6.1 试样制备

用分析天平分别称取 3.750 g 树脂样品与 PVB 树脂相融的增塑剂 1.250 g，搅拌混合均匀，备用。

6.6.2 试验

按 GB/T 3682.1 规定的方法进行测定。

6.7 雾度、透光率

6.7.1 试样制备

6.7.1.1 取符合 GB 11614 规定的 60 mm×60 mm×3 mm 平板玻璃两块，用纯水清洗，烘干备用。

6.7.1.2 将同 6.6.1 的试样夹在两块平板玻璃中间，在压机上进行压合，压合温度为 $(180 \pm 1)^\circ\text{C}$ 、压力为 $(1.20 \pm 0.05)\text{MPa}$ ，保温保压 15 min 后，将试样片压至 $(1.5 \pm 0.1)\text{mm}$ 厚度时取出，冷却备用。
试样数量：制备三片以上的试样。

6.7.2 试验

按 GB/T 2410 规定的方法进行测定。

6.8 堆积密度

按 GB/T 23771 规定的方法进行测定。

6.9 黄色指数

6.9.1 试样制备

将同 6.6.1 的试样均匀平铺在 6.7.1.1 的平板玻璃上，压成 $50\text{mm} \times 50\text{mm} \times 2\text{mm}$ 正方块，然后放入 $(200 \pm 1)^\circ\text{C}$ 的恒温干燥箱内，加热 2h 取出，冷却备用。

6.9.2 试样数量

制备三片以上的试样。

6.9.3 试验

按 HG/T 3862 规定的方法进行测定。

7 检验规则

7.1 检验分类

产品的检验分为出厂检验和型式检验。

7.1.1 出厂检验

出厂检验包含外观及表 1 中第 1 项至第 9 项的技术要求。

7.1.2 型式检验

型式检验包含外观及表 1 中规定的所有技术要求，当出现如下情况时，需要进行型式检验：

- 新产品试制定型时；
- 原材料或生产工艺有较大改变时；
- 停产又恢复生产后；
- 质量监督部门提出型式检验要求时；
- 发生重大质量事故时。

7.2 组批规则和抽样方案

7.2.1 组批规则

PVB树脂产品出厂检验按批进行，在一个生产周期内以相同原料且以连续生产工艺条件生产的产品为一批，一般为8 h或12 h为一批，或以间歇工艺条件生产的单釜或数釜产品经均匀混合为一批。

7.2.2 抽样方案

取样方法按 GB/T 6679 中的件装物料采样方法规定进行，或按 GB/T 6679 中运动物料采样方法规定进行。采集的样品数按 GB/T 6679 中有关规定，最少采样数为 7 个单元（或点）。每个单元（或点）采样量约为 50g，总采样量不少于 300g。样品经混合均匀、缩分后，以能满足两次平行试验需要的样品量，均分为两份，分别用聚乙烯样品袋盛装并封口。贴上标签，注明产品名称、批号、生产日期、取样日期及取样人。一份用于试验，另一份保存六个月，用于备查。

7.3 判定规则

检验项目全部符合要求的判为合格；如有一项不符合要求，加倍抽样对不合格项进行复检，如复检仍不符合要求，则判该批产品为不合格。

7.4 复检规则

7.4.1 复检时按原生产批号分批。

7.4.2 复检时的采样方法按本标准 7.3 采样规定的要求进行，复检采样不应从已破损或已被污染的包装袋中采取。

7.4.3 供需双方对产品质量发生异议时，双方应协商解决。协商无法解决的，可提请双方同意的仲裁机构进行仲裁，以仲裁结果为最终结果。费用由责任方承担。

8 标志和随行文件

8.1 标志

每个产品包装袋上明显位置应有清晰牢固的标志，内容包括：产品名称、批号、规格、净含量、生产厂名、厂址、商标及标准代号等。包装储运图示标志应符合 GB/T 191 的规定。

8.2 随行文件

胶片用聚乙烯醇缩丁醛树脂出厂应附有一定格式的随行文件，内容包括：产品名称、牌号、批号、生产日期、交付质量、检验结果、本标准号及有关注意事项。

9 包装、运输和贮存

9.1 包装（20kg/袋）

外包装采用聚丙烯编织袋，内包装采用聚乙烯薄膜。其它包装形式也可根据客户需求协商确定。

9.2 运输

运输过程中应防止包装袋刮破或摔破，并注明防潮、防雨、防止受热。在运输过程中本产品属非危险品。

9.3 贮存

应按批号储存在阴凉、通风、干燥的仓库中。不应与挥发性的化学品混贮，以防吸附变质。勿靠近暖气或其它热源。防雨、防潮、防污染。产品应有贮存期的规定，一般从生产之日起，不超过12个月。

附录 A
(规范性)

羟基试验方法

A.1 仪器

- A.1.1 分析天平：分度值 0.0001 g；
 A.1.2 水浴锅：温控精度 ±1℃；
 A.1.3 磨口三角烧瓶：250 mL；
 A.1.4 球形冷凝管：400 mm；
 A.1.5 单标线吸量管：5 mL，10 mL，25 mL；
 A.1.6 无塞滴定管：50 mL。

A.2 试剂和溶液

- A.2.1 吡啶：分析纯；
 A.2.2 乙酸酐：分析纯；
 A.2.3 1, 2-二氯乙烷：分析纯；
 A.2.4 95%乙醇：分析纯；
 A.2.5 酚酞指示剂 1 g/10 mL：1g 酚酞溶于 100 mL 95% (V/V) 乙醇中；
 A.2.6 氢氧化钠标准滴定溶液 $c(\text{NaOH})=0.5 \text{ mol/L}$ ：按 GB/T 601 配制与标定，储存于密闭的聚乙烯瓶中；
 A.2.7 混合溶剂：90 mL 吡啶和 10 mL 乙酸酐混合。

A.3 试验步骤

称取 1 g 试样(准确至 0.0001 g)，置于干燥洁净的磨口三角烧瓶中，准确加入 10.00 mL 混合溶剂，置于水浴中，连接好回流冷凝管，于 $(95 \pm 1)^\circ\text{C}$ 水浴中回流 3 h，至试样全部溶解，然后从冷凝管顶部加入 1,2-二氯乙烷 25 mL，取出三角烧瓶，盖好瓶塞，摇匀，加入 5 mL 蒸馏水，摇匀，静置 1 h，再加入 25 mL 蒸馏水冲洗瓶壁，加入 2 mL 酚酞指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色，30 s 不变色为终点，同时做空白试验和并行试验。

A.4 结果计算与表示

- A.4.1 按式 (1) 计算结果：

$$X = \frac{(V_0 - V) \times c \times 0.044}{m - m \times R\%} \times 100\% \quad \text{----- (1)}$$

式中：

X ——羟基含量，用百分数表示；

V ——滴定试样消耗氢氧化钠标准溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

V_0 ——滴定空白消耗氢氧化钠标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c ——氢氧化钠标准溶液的物质的量浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

m ——试样质量，单位为克（g）；

R ——试样的挥发分，用百分数表示。

0.044——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 { $c(\text{NaOH})=1.000 \text{ mol/L}$ } 相当的以克表示的乙烯醇单元链节的质量。

A.4.2 取平行试验的算术平均值作为测定结果，有效数字取其小数点后一位。

附录 B
(规范性)

氯化氢试验方法

B.1 仪器

- B.1.1 分析天平：分度值 0.0001 g；
 B.1.2 水浴锅：温控精度 $\pm 1^\circ\text{C}$ ；
 B.1.3 磨口三角烧瓶：250 mL；
 B.1.4 球形冷凝器：400 mm；
 B.1.5 量筒：50 mL；
 B.1.6 微量滴定管：碱式，10 mL，分度值 0.1 mL。

B.2 试剂和溶液

- B.2.1 氢氧化钠标准溶液 $c(\text{NaOH})=0.025\text{ mol/L}$ ，按 GB/T 601 配制与标定。储存于密闭的聚乙烯瓶中；
 B.2.2 95%乙醇：分析纯；
 B.2.3 酚酞指示液 1g/100 mL：1g 酚酞溶于 100 mL 95% (V/V) 乙醇中。

B.3 试验步骤

称取 1 g 试样(准确至 0.0001 g)，置于磨口三角烧瓶中，加入 50mL 乙醇，置于水浴中，连接好回流冷凝管，于 $(70\pm 1)^\circ\text{C}$ 加热溶解，其间轻轻摇动三角烧瓶，至试样完全溶解后，取出三角烧瓶并冷却至室温。滴加 2~3 滴酚酞指示液，用氢氧化钠标准溶液滴定至粉红色，并保持 30 s 不褪色为终点。同时作空白试验和并行试验。

B.4 结果计算与表示

B.4.1 按式 (2) 计算结果：

$$S = \frac{(a-b) \times c \times 0.0365}{m} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

S ——氯化氢含量，用百分数表示；

a ——滴定试样消耗 NaOH 标准溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

b ——滴定空白消耗 NaOH 标准溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

c ——NaOH 标准溶液的物质的量浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

0.0365——与 1.00 mL 氢氧化钠标准溶液 $\{c(\text{NaOH})=1.000\text{ mol/L}\}$ 相当的，以克表示的氯化氢 (HCL) 的质量；

m ——试样质量，单位为克 (g)。

B.4.2 取平行试验的算术平均值作为试验结果。有效数字取至小数点后 2 位。

附录 G
(规范性)

黏度试验方法

G.1. 仪器

G.1.1 旋转黏度计：100 mPa·s~1000 mPa·s；

G.1.2 分析天平：分度值 0.001 g；

G.1.3 标准磨口三交烧瓶：容量 250 mL；

G.1.4 电动搅拌器：功率 100 W；

G.1.5 球形冷凝器：400 mm；

G.1.6 温度计：0℃~50℃，分度值 0.1℃；

G.1.7 水浴锅：控温精度±1℃；G.1.8 恒温水浴：能保持(20.0±0.1)℃恒定。

G.2. 试剂

G.2.1 正丁醇，分析纯。

G.3 操作步骤

G.3.1 试样溶液制备

G.3.1.1 称取 7 g 试样(准确至 0.001 g)，放入三交烧瓶中。

G.3.1.2 加正丁醇配制成浓度为 5.0 % 的溶液，所需正丁醇按式(3)计算：

$$S = \frac{m \times (100 - R)}{5.0} - m \quad \text{----- (3)}$$

式中：

S——需称取正丁醇质量，单位为克(g)；

m——试样质量，单位为克(g)；

R——试样挥发分含量，用百分数表示；

5.0——以百分数表示的规定溶液浓度。

G.3.1.3 将加入试样和正丁醇的三交烧瓶置于(60±1)℃水浴锅中，连接好回流冷凝管和电动搅拌器，加热搅拌至完全溶解，取出冷却至20℃。

G.3.2 黏度试验

G.3.2.1 连接(20.0±0.1)℃的恒温水浴和试筒，向试筒内注入试液，再将转子插入试液直到完全浸没为止，将转子连接黏度计，确保转子垂直。开启黏度计，当读数稳定后即可直接读数。

G.3.3 结果计算与表示

取平行试验的算术平均值作为试验结果，结果取整数。