

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

4,4'-二环己基甲烷二异氰酸酯

4,4'-Dicyclohexyl methane diisocyanate

(报批稿)

(本稿完成日期：2021.12)

XXXX - XX - 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聚氨酯塑料分技术委员会（SAC/TC15/SC8）归口。

本文件起草单位：万华化学集团股份有限公司、浙江禾欣科技有限公司、旭川化学（苏州）有限公司、黎明化工研究设计院有限公司。

本文件主要起草人：刘志强、俞勇、石磊、张大华、孙小丽、匙丹丹、纪尚超。

4, 4'-二环己基甲烷二异氰酸酯

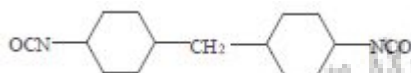
警告：4, 4'-二环己基甲烷二异氰酸酯属于危险化学品第6.1类毒害品。皮肤或眼睛接触会造成刺激或过敏，吸入会引起过敏或哮喘症状，甚至中毒，操作时佩戴防护手套、防护眼镜和呼吸防护器具。具体可以向生产企业索取安全技术说明书。

1 范围

本文件规定了4, 4'-二环己基甲烷二异氰酸酯（以下简称HMDI）的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存等。

本文件适用于光气化法生产的4, 4'-二环己基甲烷二异氰酸酯。

结构简式：



分子式：C₁₅H₂₂N₂O₂。

相对分子质量：262.35（按2018年国际相对原子质量计）。

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 190 危险货物包装标志
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备
- GB/T 6324.6 有机化工产品试验方法 第6部分：液体色度的测定 三刺激值比色法
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6680 液体化工产品采样通则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 12009.4 塑料 聚氨酯生产用芳香族异氰酸酯 第4部分：异氰酸根含量的测定
- GB/T 37042-2018 六亚甲基二异氰酸酯

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

HMDI产品的技术指标应符合表1的要求。

表 1 HMDI 技术指标

检验项目	技术指标
外观	清澈透明液体，无悬浮物
色度，Hazen(铂-钴号)	≤30
HMDI 含量，%	≥99.50
异氰酸根(-NCO)含量，%	≥31.80
水解氯含量，mg/kg	≤10
总氯含量，mg/kg	≤400
注：HMDI 含量为 2,4'-HMDI、4,4'-HMDI 含量之和。	

5 试验方法

5.1 通则

除非另有说明，在分析中所用试剂均为分析纯试剂；所用水为GB/T 6682中规定的三级水；分析中所需标准滴定溶液、制剂及制品，均按GB/T 601和GB/T 603规定制备。

5.2 外观的测定

将试样倒入清洁、干燥的无色透明玻璃容器中，静置至无气泡，在光线充足处，以白色为背景，目视观察。

5.3 色度的测定

按GB/T 6324.6中规定的方法进行。

5.4 HMDI 含量的测定

按附录A规定的方法进行。

5.5 异氰酸根(-NCO)含量的测定

5.5.1 方法一（仲裁法）

按GB/T 12009.4中规定的方法A—甲苯/二正丁胺和盐酸标准滴定溶液法进行。

5.5.2 方法二

按附录B规定的方法进行。

5.6 水解氯含量的测定

按GB/T 37042-2018中附录B规定的方法进行。

5.7 总氯含量的测定

按附录C规定的方法进行。

6 检验规则

6.1 检验分类

本产品检验为出厂检验。

6.2 出厂检验

6.2.1 检验项目

检验项目为第4章要求的所有项目。

6.2.2 批

相同原料、相同工艺，连续生产的均匀产品为一批。

6.2.3 取样

按GB/T 6678和GB/T 6680中规定的方法进行。每批产品取样两瓶，每瓶样品量不少于250mL，分别装于两个清洁、干燥、密封良好的容器中，并粘贴标签注明产品名称、批号、取样日期等信息，一个供检验，一个保存备查。取样和样品保存过程中需做好防潮、防水。仲裁时在保存样中取样。

6.2.4 判定规则

检验结果均符合本文件要求即为合格，检验结果若有一项不符合本文件要求，应重新自该批产品中两倍的包装件中取样，对不合格项目进行复检，重新检验项目的结果仍不合格，则判定整批产品不合格。

7 标志、标签和随行文件

7.1 标志

每一包装件上应有清晰、牢固的标志，标明产品名称、批号、净质量、生产日期、保质期、合格证明以及生产厂名、本文件的编号以及符合GB 190的防湿、防晒、有毒有害等标志要求。标明产品使用的注意事项、安全事项以及泄漏洒落的处理方法。

7.2 随行文件

每批产品应附有质量检验报告单和产品安全数据说明书。

8 包装、运输、贮存

8.1 包装

产品包装宜采用桶装、槽罐等形式，包装时应充干燥氮气（露点 $\leq -35^{\circ}\text{C}$ ）密封包装。

8.2 运输

产品可桶装汽运或槽车运输，在运输和装卸过程中防止猛烈撞击，严禁日晒、雨淋、倒置。

8.3 贮存

应密封贮存在阴凉、干燥且通风良好的环境中，贮存环境的温度宜控制在 $0^{\circ}\text{C} \sim 30^{\circ}\text{C}$ ，应远离火种和热源，且避免与胺类、酸碱类或醇类物质混储。本产品自生产之日起，贮存期为一年。

附录 A

(规范性)

HMDI 含量的测定

A.1 方法原理

试样使用溶剂(二氯甲烷)溶解后用气相色谱法进样分析,以氢离子火焰检测器(FID)检测,HMDI含量用面积百分比法定量计算。

A.2 仪器和设备

本方法使用下列仪器和设备:

- 气相色谱仪:带有分流不分流进样口和氢离子火焰检测器(FID)及气相色谱工作站;
- 色谱柱:材质为熔融石英的毛细管柱,固定相为(5%-苯基)-甲基聚硅氧烷,规格为:柱长30m;柱内径0.32mm;液膜厚度0.25 μ m。也可选择能够达到相同分离效果的其他毛细管色谱柱;
- 实验室一般玻璃容器。

A.3 试剂

二氯甲烷。

A.4 色谱条件

常规色谱条件推荐如下:

- 载气:经净化和干燥的高纯氮气(纯度 \geq 99.999%);
- 燃烧气:氢气(纯度 \geq 99.999%),流量为40mL/min;
- 助燃气:净化后干燥的空气,流量为400mL/min;
- 尾吹气:氮气,流量为30mL/min;
- 柱流量:1.0mL/min;
- 分流比:30:1;
- 柱温(程序升温):140 $^{\circ}$ C保持0min,以10 $^{\circ}$ C/min升温至220 $^{\circ}$ C,保持1min,以5 $^{\circ}$ C/min升温至260 $^{\circ}$ C,保持0min,以10 $^{\circ}$ C/min,升温至280 $^{\circ}$ C,保持1min;
- 进样口温度:270 $^{\circ}$ C;
- 检测器温度:290 $^{\circ}$ C;
- 进样量:0.2 μ L。

A.5 测定步骤

A.5.1 样品溶液的制备

取样品约0.20g~0.40g置于样品瓶中,加入二氯甲烷1.5mL,摇匀备用。

A.5.2 样品测定

按 A.4 中的色谱条件设定仪器的操作参数，待仪器稳定后将制备样品 (A.5.1) 进样进行测定，记录色谱峰的保留时间和峰面积，除去溶剂峰，HMDI 含量用色谱峰面积的百分比法定量计算。

A.5.3 结果计算

HMDI 含量 ω_1 按面积百分比法计算，数值以 % 表示，按公式 (A.1) 计算：

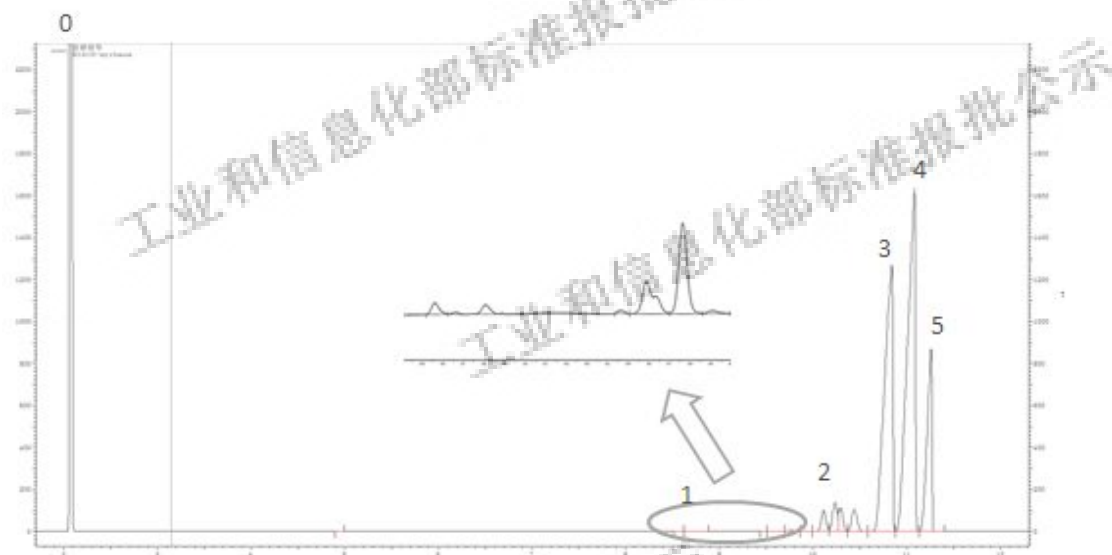
$$\omega_1 = \frac{\sum A_j}{\sum A_i} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

A_j —— 样品中 HMDI 的色谱峰面积， $j=2, 3, 4, 5$ ；

A_i —— 样品中各组分的色谱峰面积， $i=1, 2, 3, 4, 5$ 。

HMDI 产品气相色谱示意图见图 A.1。



标引序号说明：

0——溶剂峰，二氯甲烷；

1——杂质；

2——2, 4-HMDI（四连峰）；

3——顺，顺-HMDI；

4——顺，反-HMDI；

5——反，反-HMDI。

图 A.1 HMDI 产品气相色谱示意图

A.6 结果报告

分析结果 HMDI 含量保留至小数点后两位，两次平行测定结果之差的绝对值不大于 0.10 %。

附录 B

(规范性)

异氰酸根(-NCO)含量的测定-气相色谱法

B.1 方法原理

根据HMDI含量计算异氰酸根(-NCO)含量。

B.2 HMDI含量的测定

按附录A规定的方法进行。

B.3 结果计算

异氰酸根(-NCO)含量 ω_2 以质量分数计,数值以%表示,按公式(B.1)计算:

$$\omega_2 = \frac{\omega_1 \times 84.04}{262.35} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

ω_1 ——样品中HMDI含量,数值以%表示;

84.04——2mol异氰酸根的质量,单位为克(g);

262.35——1molHMDI的质量,单位为克(g)。

B.4 结果报告

异氰酸根(-NCO)含量的结果保留至小数点后两位。两次平行测定结果之差的绝对值不大于0.10%。

附录 C

(规范性)

总氯的测定—微库仑法

C.1 方法原理

样品中的氯在硫氯分析仪的裂解石英管中转变为能和电解液中滴定离子发生作用的氯离子，被载气带入滴定池同银离子反应： $\text{Ag}^+ + \text{Cl}^- \rightarrow \text{AgCl}$ ；滴定池中银离子浓度降低，指示电极对将变化的信号输入库仑放大器，然后由库仑放大器输出相应电流到电解电极对上。电解阳极电生出所消耗的银离子，直至恢复原来的银离子浓度，测定所消耗的电量，根据法拉第电解定律就可计算样品中总氯含量。

C.2 仪器和试剂

本方法使用下列仪器和试剂：

- 总氯分析仪；
- 天平：精度为 0.0001g；
- 丙酮；
- 按仪器说明书需准备的试剂。

C.3 总氯的测定

C.3.1 样品溶液的制备

样品溶液的制备如下：

- 待测试液准备：准确称取 1.0 g（精确至 0.001 g）HMDI 样品于三角瓶中，加入丙酮试剂至 5.0 g（精确至 0.001g），并记录称量质量，摇匀至样品完全溶解备用（稀释倍数可根据样品中总氯含量预估值进行调整）。
- 将待测试液按仪器说明书进行测定，同时进行试剂空白试验。

C.3.2 结果计算

总氯含量 ω_3 以质量分数计，数值以毫克每千克 (mg/kg) 表示，按公式 (C.1) 计算。

$$\omega_3 = (\omega_4 - \omega_0) \times \frac{m_{\text{待测试液}}}{m_{\text{HMDI}}} \dots\dots\dots (C.1)$$

式中：

ω_4 —— 待测试液中总氯含量，单位为毫克每千克 (mg/kg)；

ω_0 —— 试剂空白中总氯含量，单位为毫克每千克 (mg/kg)；

$m_{\text{待测试液}}$ —— 待测试液的称样量，单位为克 (g)；

m_{HMDI} —— HMDI 称样量，单位为克 (g)。

两次平行测定结果之差的绝对值不大于 5mg/kg，结果以其算术平均值表示。