

ICS 83.080.10

CCS G 32

CPCIF

中国石油和化学工业联合会团体标准

T/CPCIF XXXX—XXXX

高纯低氯双酚 F 环氧树脂

High purity low chlorine bisphenol F epoxy resin

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国石油和化学工业联合会 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。

本文件由中国石油和化学工业联合会标准化工作委员会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

征求意见稿

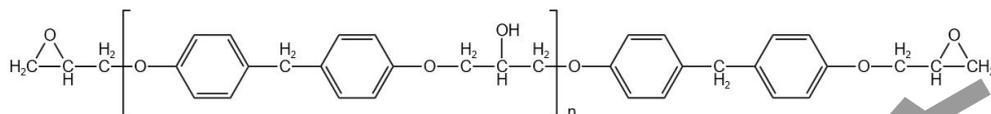
征求意见稿

# 高纯低氯双酚 F 环氧树脂

## 1 范围

本文件规定了高纯低氯双酚 F 环氧树脂的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。本文件适用于由双酚 F 与环氧氯丙烷合成，经精制所得的高纯低氯双酚 F 环氧树脂。

结构式：



注：n 为平均聚合度。

## 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 3143 液体化学产品颜色测定法（Hazen 单位—铂-钴色号）

GB/T 4612 塑料 环氧化合物 环氧当量的测定

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 16631 高效液相色谱法通则

GB/T 22314 塑料 环氧树脂 黏度测定方法

ISO 21627-3 塑料 环氧树脂氯含量的测定 第 3 部分：总氯（Plastics-Epoxy resins-Determination of chlorine content—Part 3: Total chlorine）

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 要求

### 4.1 外观

产品为无色至淡黄色透明液体，无机械杂质。

### 4.2 技术要求

高纯低氯双酚 F 环氧树脂的技术要求应符合表 1 的规定。

表 1 技术要求

项 目	指 标
色度（铂-钴色号）/Hazen 单位	≤25
纯度（n=0），w/%	≥95.0
环氧当量/（g/mol）	156~167
黏度（25℃）/mPa.s	1000~2000
总氯含量/（mg/kg）	≤900

## 5 试验方法

### 5.1 外观的测定

取适量样品于无色透明比色管中，在自然光或日光灯下目视观察。

### 5.2 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定进行。

### 5.3 纯度的测定

#### 5.3.1 方法提要

用液相色谱法，在选定的色谱条件下，使各组分分离，用荧光检测器检测，以面积归一法定量。

#### 5.3.2 试剂与材料

甲醇：色谱纯。

水：GB/T 6682 中规定的一级水。

#### 5.3.3 仪器

高效液相色谱仪：配有荧光检测器，整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 16631 中的有关规定。

定量进样器：20μL。

超声波发生器。

#### 5.3.4 色谱柱及典型操作条件

本文件推荐的色谱柱及操作条件见表 2。典型色谱图见附录 A。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件均可使用。

表 2 推荐的色谱柱及色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱	C18 柱
色谱柱规格	250mm×4.6mm（柱长×内径），粒度 5μm
柱温/℃	40
流动相	甲醇：水=7：3
波长/nm	280

流动相流速/(ml/min)	0.5
进样量/ $\mu\text{L}$	20

### 5.3.5 测定步骤

#### 5.3.5.1 试样溶液的制备

称取试样 0.1g，精确至 0.0001g，置于 100mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，于超声波发生器中振荡，混合均匀。用移液管移取 5mL 上述溶液，置于 50mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，于超声波发生器中振荡，混合均匀，得试样溶液。

#### 5.3.5.2 测定

按表 2 的操作条件或其他合适的条件调节仪器，待仪器稳定后，用进样器进样 20 $\mu\text{L}$  试样溶液，用面积归一法进行定量。

### 5.3.6 结果计算

高纯低氯双酚 F 环氧树脂质量分数  $w_1$ ，数值以%计，按式 (1) 计算：

$$w_1 = \frac{A}{\sum A_i} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$A$ ——高纯低氯双酚 F 环氧树脂的峰面积之和；

$A_i$ ——各组分的峰面积总和；

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，且两次平行测定结果的差值不大于 2%。

### 5.4 环氧当量的测定

按 GB/T 4612 的规定进行。

### 5.5 黏度的测定

按 GB/T 22314 的规定进行。测定温度控制为 25 $^{\circ}\text{C}$   $\pm$  0.1  $^{\circ}\text{C}$ 。

### 5.6 总氯含量的测定

按 ISO 21627—3 的规定进行。

## 6 检验规则

### 6.1 检验项目

本文件规定的所有指标项目为出厂检验项目，应逐批检验。

### 6.2 组批

产品在同一生产线上、相同原料、同一釜、相同工艺所生产的同一型号组批。

### 6.3 采样

采样按GB/T 6678和GB/T 6680的规定进行。取样品总量不少于200g分装于两个清洁、干燥的样品瓶中，密封保存。贴上标签，并注明产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用，另一份留样备查。

### 6.4 判定

检验结果的判定采用GB/T 8170中规定的修约值比较法。

所有检验结果符合本文件规定，则该批产品合格。

若检验结果中有任何指标项不符合本文件要求时，应重新加倍取样进行复检，复检的结果如仍有指标项不符合本文件要求，则整批产品判为不合格。

## 7 标志、包装、运输和贮存

### 7.1 标志

产品的包装上应有清晰、牢固的标志。标志内容可包括：商标、生产厂名称、厂址、本文件编号、产品名称、型号、生产日期、批号和净含量等。

### 7.2 包装

产品采用塑料桶或者铁桶包装。包装规格由供需双方协商。

### 7.3 运输

运输、装卸工作中，应轻装轻卸，防止撞击，避免包装破损，防止日晒雨淋，应按照货物运输规定进行。

### 7.4 贮存

产品应贮存在阴凉、干燥、通风的场所。防止日光直接照射，并应隔绝火源，远离热源。符合本文件包装、运输和贮存条件下，本产品自生产之日起，贮存期为一年。

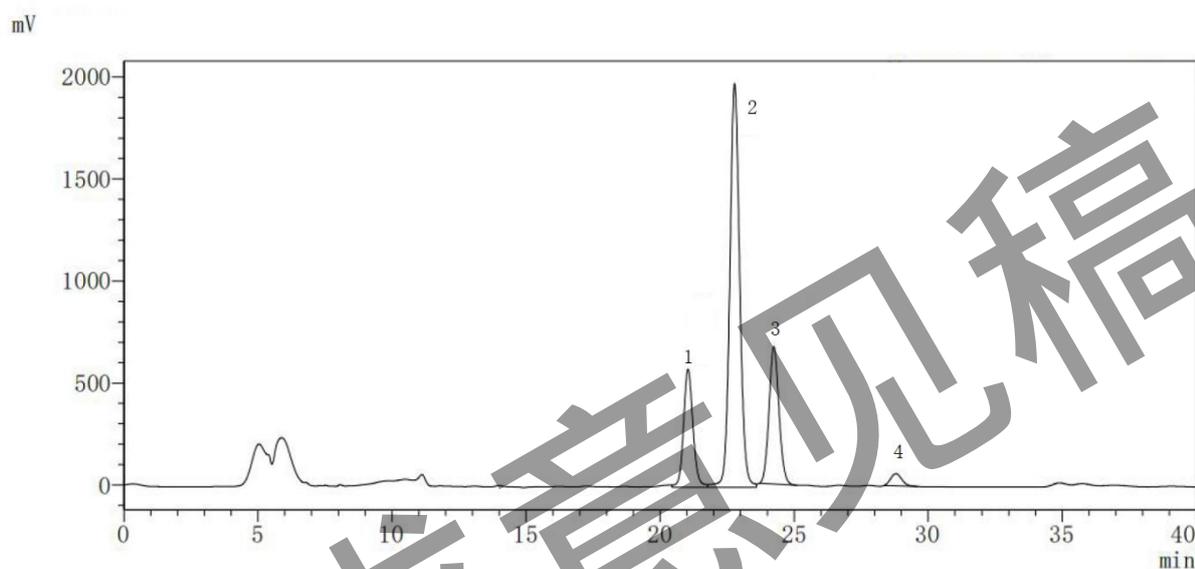
## 附录 A

(资料性)

### 高纯低氯双酚 F 环氧树脂含量测定的典型色谱图和各组分的保留时间

#### A.1 高纯低氯双酚 F 环氧树脂含量测定的典型色谱图

高纯低氯双酚 F 环氧树脂含量测定的典型色谱图见图 A.1。



标引序号说明:

1, 2, 3——高纯低氯双酚 F 环氧树脂;

4——未知杂质;

图 A.1 高纯低氯双酚 F 环氧树脂含量测定的典型色谱图

# 《高纯低氯双酚 F 环氧树脂》团体标准编制说明

(征求意见稿)

## 一、工作简况

### 1.任务来源

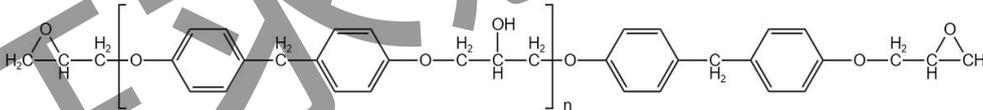
2023 年，中国石油和化学工业联合会发布了《关于 2023 年第一批中国石油和化学工业联合会团体标准拟立项计划项目的公示》，《高纯低氯双酚 F 环氧树脂》被列入 2023 年第一批石化联合会团体标准制定计划。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出并归口，由智仑超纯环氧树脂(西安)有限公司和北京国化新材料技术研究院有限公司牵头制定。

### 2.标准制定背景、目的意义

#### 2.1 高纯低氯双酚 F 环氧树脂简介及市场情况

双酚 F 型环氧树脂，黏度小，不到双酚 A 型环氧树脂的 1/3。结构式如下，式中，n 为平均聚合度。



本产品平均聚合度为  $n=0$ ，且主体含量高达 95%以上。

环氧树脂主要杂质是以有机氯为端基的物质，氯的含量过高对于双酚 F 型环氧树脂固化物的电绝缘性能和防腐性能产生不良的影响。氯含量是衡量环氧树脂的一项重要指标。

该产品的特点是纯度高，氯含量低，故又称其为“高纯低氯双酚 F 型环氧树脂”，主要用于电子电器、航空航天、医疗设备和精密仪器等对环氧树脂纯度和氯含量要求严苛的高端领域。高纯型产品由于生产工艺和技术要求较高，其产能相对较低，市场规模也相对较小，但增长速度较快。目前，全球市场上的该产品主要生产商包括日本 DIC、日本曹达、韩国科隆等。国内主要生产商有智仑超纯环氧树脂(西安)有限公司、上海剂拓、艾蒙特等企业。

#### 2.2 制定本标准的意义及意义

然而在国内市场上，高纯低氯双酚 F 环氧树脂的质量标准并不统一，导致了市场上产品质量良莠不齐，因此制定一套高纯低氯双酚 F 环氧树脂的团体标准显得尤为必要。制定团体标准可以提高企业的技术水平和产品质量，规范高纯低氯双酚 F 环氧树脂产品的生产和销售，提高行业的整体水平和竞争力，促进行业的健康可持续发展。

### 3.起草单位及人员分工

本文件起草单位：智仑超纯环氧树脂(西安)有限公司、北京国化新材料技术研究院有限公司等。

### 4.标准制定过程

为切实做好《高纯低氯双酚 F 环氧树脂》标准的制定工作，标准起草组严格按照团标制定流程开展工作：

(1) 2023 年 2 月至 6 月，开展全面深入的调研工作，向石化联合会提交《二酚基甲烷二缩水甘油醚》团体标准项目建议书。

(2) 2023 年 7 月 18 日，中国石化联合会召开 2023 年第一批石化联合会团体标准立项计划审查会，会上专家提出将标准名称改为《高纯低氯双酚 F 环氧树脂》，该名称更符合行业内习惯和产品的流通。

(3) 2023 年 7 月 27 日，石化联合会发布《关于对 2023 年第一批石化联合会团体标准拟立项计划项目的公示》，《高纯低氯双酚 F 环氧树脂》团体标准通过立项审查。

(4) 2023 年 8 月至 9 月，结合国内主要厂家产品指标、企业标准、下游行业对高纯低氯双酚 F 环氧树脂的性能要求等，完成标准草案的编制。

(5) 2023 年 11 月 8 日，召开线下标准草案讨论会，邀请相关专家和智仑超纯环氧树脂(西安)有限公司、山东艾蒙特、安徽新远科技股份有限公司企业代表，就标准中各项问题进行讨论，专家和企业主要提出以下建议。①建议将总氯含量值设定为 $\leq 900\text{ppm}$ ，其中部分企业产品测试实际值为 1000ppm 以下；②建议去掉“水分”测试项，增加测试项目“挥发份”，最终考虑到下游并未对挥发份指标提出要求，最终确定不增加“挥发份”，去掉“水分”指标；③GPC 法（凝胶渗透色谱法）一般测试分子量及分子量分布，建议采用其他液相色谱法测定纯度；④去掉总氯的测定公式，推荐的方法标准中明确规定了测试步骤和计算公式。

(6) 2023年12月XX, 根据专家和各企业提出的问题和修改建议对标准草案进行修改, 形成标准征求意见稿及编制说明, 进行公示。

(7) 2024年XX月对征集的意见进行归纳分析研究后修改标准文本, 形成标准送审稿。

(8) 2024年XX月, 石化联合会标委会组织专家进行审查, 根据评审专家的意见, 对标准进行完善和最后的修改, 形成报批稿报送中国石油和化学工业联合会。

## 二、标准编制原则

### 1. 编制原则

根据《团体标准管理规定》精神, 科学合理利用资源, 推广科学技术成果, 满足市场和创新需要, 聚焦新技术、新产业、新业态和新模式, 填补标准空白, 提高经济效益、社会效益制定本标准。在本标准制定过程中, 遵循《中国石油和化学工业联合会团体标准管理办法》和以下原则:

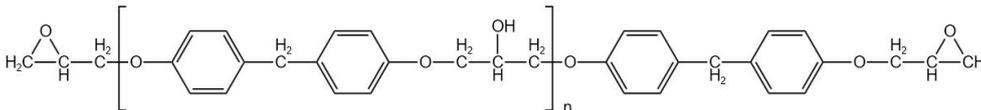
- 遵循公开、公正、公平和科学的原则;
- 有利于促进技术进步, 提高产品质量, 满足市场要求的原则;
- 坚持先进引领, 遵循科学性、先进性原则, 提高经济效益;
- 坚持“市场导向、先进引领、快速响应、服务产业”的原则;
- 有利于促进科学技术进步和科技成果的转化, 满足市场和创新需求。

### 2. 标准制定的主要内容

#### 2.1 标准适用范围

本文件规定了高纯低氯双酚 F 环氧树脂的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于由双酚 F 与环氧氯丙烷合成的, 经精制所得的高纯低氯双酚 F 环氧树脂, 其结构式如下:



注: n 为平均聚合度

#### 2.2 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 3143 液体化学产品颜色测定法（Hazen 单位—铂-钴色号）

GB/T 4612 塑料 环氧化合物 环氧当量的测定

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 22314 塑料 环氧树脂 黏度测定方法

ISO 21627-3 塑料 环氧树脂氯含量的测定 第 3 部分：总氯（Plastics-Epoxy resins-Determination of chlorine content—Part 3: Total chlorine）

## 2.3 技术要求

### 2.3.1 企业产品数据调研

在制定高纯低氯双酚 F 环氧树脂的标准过程中，标准起草组广泛收集并归纳整理各生产企业的技术指标及参数，具体情况见下表。

表 1 各企业高纯低氯双酚 F 环氧树脂产品技术指标汇总

项目	指标			
	日本新日铁	上海剂拓	陕西智仑	艾蒙特
	YD-870GS	EP-HF1	ZLF-160B	EMTE 160
色度（铂-钴色号）/Hazen 单位	≤1Gardner	≤10	<10	≤1Gardner
纯度（n=0），w%	—	—	—	—
环氧当量/（g/mol）	155~170	161~172	156~165	155~165
黏度（25℃）/mPa.s	1500	900~1500	900~1600	≤1600
总氯/（mg/kg）	≤200	≤700	≤900	≤100（易皂化氯）

### 2.3.2 本标准指标项目和参数的确定

结合各企业产品指标和下游客户的使用要求，制定高纯低氯双酚 F 环氧树脂的技术指标有外观、色度、纯度、环氧当量、黏度、总氯，与行标 HG/T 6276《双酚 F 型环氧树脂》指标的主要区别在于，增加了纯度的指标，由于本产品的氯含量低，仅测定总氯含量。具体情况见表 2。

表 2 技术要求

项 目	指 标	HG/T 6276 中 EP06331 313 优级品 指标
外观	无色至淡黄色透明液体，无机械杂质	无色至淡黄色透明液体，无肉眼可 见机械杂质
色度（铂-钴色号）/Hazen 单位	≤25	≤150
纯度（n=0），w/%	≥95.0	—
环氧当量/（g/eq）	156~167	155~165
黏度（25℃）/mPa.s	1000~2000	1000~2000
总氯含量/（mg/kg）	≤900	≤2000
无机氯，w/%	—	≤0.001
易皂化氯，w/%	—	≤0.05

### 2.3.2.1 外观

外观是对产品颜色、性状的观察，判断样品的性状是否正常、是否存在杂质的重要指标。

### 2.3.2.2 色度

色度是能够最直观判断产品质量的指标之一，同时该指标的确定也是满足下游电子行业对产品颜色的要求，保证下游厂商电子产品在色度上的一致性，结合各企业的产品指标，以及下游客户的需求，本标准高纯低氯双酚 F 环氧树脂色度指标定为≤25Hazen。

### 2.3.2.3 高纯低氯双酚 F 环氧树脂

纯度是最能反应产品质量的指标之一。目前大多数企业一般采用 GPC 法（凝胶渗透色谱法）测定产品的分子量及分子量分布，牵头单位智仑超纯环氧树脂(西安)有限公司为进一步深入研究产品，采用反相高效液相色谱法对产品的主体成分含量进行测试。最终确定本标准高纯低氯双酚 F 环氧树脂纯度指标定为≥95.0%。

### 2.3.2.4 环氧当量

环氧当量是评价高纯低氯双酚 F 环氧树脂性能的重要指标，它直接影响到高纯低氯双酚 F 环氧树脂与固化剂反应的交联程度、固化度和性能表现，在实际的应用中由环氧当量可计算出高纯低氯双酚 F 环氧树脂所需的固化剂用量。结合各企业的产品指标，以及下游客户的需求，本标准高纯低氯双酚 F 环氧树脂环氧当量的指标定为 156 g/eq~167g/eq。

### 2.3.2.5 黏度

黏度是衡量高纯低氯双酚 F 环氧树脂流动性的重要指标，黏度的测定对高纯低氯双酚 F 环氧树脂的应用和加工具有重要意义。结合各企业的产品指标，以及下游客户的需求，确定本标准高纯低氯双酚 F 环氧树脂黏度（25℃）指标定为 1000mPa.s~2000mPa.s。

#### 2.4.6 总氯含量

氯含量是高纯低氯双酚 F 环氧树脂的一项重要指标，根据其在树脂中的存在形式可分为无机氯、易皂化氯和非活性氯，总称为总氯含量。各种类型的氯在一定温度下均能和胺类等固化剂反应生成相应的可电离的物质，形成偶极子，对于环氧树脂固化物的电绝缘性能和防腐性能产生不良的影响。因此，检测环氧树脂的氯含量可对其制造工艺和产品品控提供依据。该产品无机氯和易皂化氯含量较低，故只测试总氯含量。结合各企业产品指标，以及下游客户的需求，确定本标准高纯低氯双酚 F 环氧树脂总氯含量的指标定为 $\leq 900\text{mg/kg}$ 。

### 2.4 试验方法

高纯低氯双酚 F 环氧树脂的检测方法与双酚 A 型环氧树脂的检测类似，部分指标可参考现行的国家标准 GB/T 13657 中规定的检测方法进行，在此基础上还增加了纯度和总氯含量的测定，具体测试方法的选择依据如下。

#### 2.4.1 外观的测定

在自然光或日照光下目视观察。

#### 2.4.2 色度的测定

按 GB/T 3143 的规定进行。

#### 2.4.3 纯度的测定

采用反相高效液相色谱法进行测定。

#### 2.4.4 环氧当量的测定

按 GB/T 4612 的规定进行。

#### 2.4.5 黏度的测定

按 GB/T 22314 的规定进行，恒温浴温度控制为  $25^{\circ}\text{C} \pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 。

#### 2.4.6 总氯含量的测定

按 ISO 21627—3 的规定进行。

### 三、试验验证情况

表 3 参编企业高纯低氯双酚 F 环氧树脂检测数据

编号	批次	外观	色度 /Hazen	纯度 (n=0) /%	环氧当量 / (g/eq)	黏度 (25°C) /mPa.s	总氯含量 / (mg/kg)
1	F-20231218-03	无色至淡黄色透明液体	7	95.2	159	1283	746
2	F-20240223-06	无色至淡黄色透明液体	8	95.1	158	1264	772
3	F-20240228-03	无色至淡黄色透明液体	7	96.7	158	1241	528
4	F-20240326-03	无色至淡黄色透明液体	7	96.3	159	1272	534
5	F-20240406-03	无色至淡黄色透明液体	7	96.4	158	1255	561
6	F-20240422-03	无色至淡黄色透明液体	8	97.5	158	1231	243
7	F-20240501-03	无色至淡黄色透明液体	7	97.6	158	1260	260
8	F-20240507-06	无色至淡黄色透明液体	7	98.2	158	1252	84

### 四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况、水平分析

关于高纯低氯双酚 F 环氧树脂，目前国外、国际并没有统一的标准。

### 五、与有关法律、行政法规及相关标准的关系

本标准符合现行相关法律、法规、规章及相关标准。

### 六、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准制定过程中无重大分歧意见。

### 七、涉及专利的有关说明

不涉及专利问题。

### 八、预期的经济效益、社会效益和生态效益

本标准的发布，将体现团体标准的创新性、先进性，并很好的切合了高纯低氯双酚 F 环氧树脂生产企业的实际需求，有助于规范该产品在行业内指标和检测方法的统一，填补行业空白。本标准实施后将取得较为显著的经济效益和社会效益和生态效益，助力行业发展。

## 九、实施团体标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议

本标准制定后，将统一各生产企业的产品质量标准，希望各生产企业严格执行标准的要求，共同维护行业的发展。

## 十、其他应当说明的事项

无

征求意见稿