

国家标准制修订项目

# 编制说明

(征求意见稿)

项目名称：氢化松香

项目编号：20220030-T-432

委托单位：国家标准化管理委员会

承担单位：中国林业科学研究院林产化学工业研究所

起止年限：2022年4月至2023年10月

报批日期：

## 一. 编制工作简况

### 1. 任务来源

国家林业与草原局。项目编号 20220030-T-432。标准的技术归口单位为全国林化产品标准化技术委员会，负责制定单位是中国林业科学研究院林产化学工业研究所。

### 2. 修订背景

氢化松香是以脂松香为原料，在一定温度和压力下经钨/碳催化剂作用，使松香树脂酸的双键部分或全部地被饱和而制得的。

松香是我国产量丰富的一种可再生资源，氢化松香是其重要深加工产品之一，目前国内产量 2 吨左右。主要生产厂家有广西梧州日成林产化工股份有限公司、广西鼎弘树脂有限公司、广西华林化工有限公司等单位。

氢化松香具有抗氧化好，耐热性强等优点，用途很广，可用于胶粘剂，涂料，油墨，食品添加剂，电子化学品等方面。除内销外，还大量出口创汇，在国际市场为美国的主要竞争对手。

于 2006 年原氢化松香国家标准 GB/T14020-2006 实施以来，距今已有 17 年，氢化松香生产和市场都有较大变化，品种已经由普通氢化松香和高度氢化松香两个主要产品增加为普通氢化松香、高度氢化松香和全氢化松香三个产品，他们之间的差别在于二氢枞酸和四氢枞酸含量不同，而全氢化松香原国家标准 GB/T14020-2006 的项目中没有列出，导致该产品无标准可依。另外，随着氢化松香的用途不断扩大和下游用户对其品质要求的提高，有些技术指标需修订；还有原标准中枞酸和去氢枞酸的检测方法为紫外分光光度法，该方法受检测仪器和检测环境等影响较大，重现性差。为适应新形势，有必要参照国外公司的先进标准结合国内生产企业的现状对氢化松香原有国家标准加以修订，成为一个既符合生产单位实际情况，又适合市场需求的新国家标准。

### 3. 主要工作过程

任务下达后，中国林业科学研究院林产化学工业研究所按照标准的修订程序，第一时间成立了标准工作组。工作组成立后，展开标准修订工作，查阅国内外现行氢化松香相关标准，调查国内氢化松香行业对于原标准的使用情况，了解国内氢化松香行业的生产现状，多渠道收集整理氢化松香产品的相关分析检测数据，同时开展实验室检测验证工作。在丰富有效的资料与数据基础上，按照《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写》（GB/T 1.1—2020）和《产品标准的编写方法》起草了《氢化松香》工作组讨论稿，经过多方研讨、反复修改、不断完善，形成《氢化松香》征求意见稿，并按照标准修订情况同时编撰完成了《氢化松香》编制说明。

## 主要起草人及其所做的工作

高宏：项目负责人，负责标准修订工作流程制订、技术把关、标准文本及编制说明起草等工作。

王宏晓：主要负责氢化松香树脂酸气相色谱分析方法的研究。

侯文彪：相关资料调研。

李军、林克忠、韦日水：主要负责氢化松香样品的收集，以及工厂分析检验及数据收集等工作。

王斌：主要负责氢化松香实验室数据分析及整理等工作。

## 二. 编制原则、主要内容及其确定依据

### （一）标准编制原则

1. 目标性：制定标准的目标是规定明确且无歧义的条款，以便促进贸易和交流。为此，标准应在其范围所规定的界限内按需要力求完整、清楚和准确，能被未参加标准编制的专业人员所理解。
2. 统一性：系列相关标准的标准体系内部结构的统一，条款文体的统一、术语的统一。
3. 协调性：对于某些技术领域，应遵守涉及相关内容的现行基础通用标准的有关条款以及特定领域、本领域的基础标准的协调。
4. 适用性：标准的内容应便于实施，应易被其他标准或文件所引用。
5. 一致性：如有相应的国际文件，应尽可能保持与国际文件的一致性。

### （二）主要内容及其确定依据

本文件由封面、目次、前言、正文和附录组成。正文部分共有 8 章，分别为范围、规范性引用文件、术语和定义、技术要求、取样、试验方法、检验规则以及包装、标志、运输、贮存。附录部分资料性附录 A 组成。

下面将针对标准正文的具体内容，特别是与 GB/T 14020—20066《氢化松香》不同的部分进行详细说明。基于新旧两版标准编制人员在语言表达方面存在个体差异，从而在文字方面所作的一些修改工作，在不影响标准本质内容的前提下，编制说明中将不做特别强调。

#### 1. 范围

本标准在原标准基础上增加了“全氢化松香”的技术指标。

#### 2. 规范性引用文件

本标准采用 2 个引用文件，分别为 GB/T 8145-2021 脂松香和 GB/T 8146-2022 松香试验方法，为修订后的新版本，删除了对 LY/T 1145 松香包装桶的引用。

### 3. 术语与定义

增加了“全氢化松香”的术语和定义。

### 4. 技术要求

增加了“全氢化松香”的技术指标。

### 5. 取样

将取样的规定列入试验方法之前，用于指导各指标项检验所用样品的取样规则和数量，引用8146-2022第5章的规定进行。

### 6. 试验方法

#### 6.1 外观测定

本文件将“外观测定”列为单独一章第一个试验项目（原文件为颜色和外观为一章），测试方法为引用 8146-2022 的方法。

#### 6.2 颜色测定

可采用两种测试方法，“加纳色号”和“罗维邦比色”，为与国际接轨，用“加纳色号”替代“玻璃色块比色”。并规定当发生争议需要仲裁时，以加纳比色测定结果为准。“罗维邦比色”操作按照 8146-2022 附录 B 的方法。

#### 6.3 软化点测定（环球法）

与原标准一样，引用 8146-2022 的方法。

#### 6.4 酸值测定

与原标准一样，引用 8146-2022 的方法。

#### 6.5 不皂化物测定

与原标准一样，引用 8146-2022 的方法。

#### 6.6 乙醇不溶物测定

与原标准一样，引用 8146-2022 的方法。

#### 6.7 枞酸、去氢枞酸的测定

本文件增加了枞酸、去氢枞酸的检测的气相色谱法：原标准中规定枞酸、去氢枞酸的检测采用紫外分光光度计，在实际使用过程中，发现低枞酸含量的产品，结果较准确可靠，但是，当氢化反应在催化剂后期活性不好的时候，枞酸含量较高，这时紫外分光光度计法测试的结果波动较大；而且，紫外分光光度计法对仪器和测试环境温度依赖较高。

原标准中已规定了四氢枞酸的测定采用气相色谱法，测试时，枞酸和去氢枞酸也会同步分离出来，

所以，本文件中增加了气相色谱法测试枞酸和去氢枞酸的含量，并作为仲裁时测试方法。保留原标准的枞酸和去氢枞酸的紫外分光光度计法，因为该方法测试耗时少，可作为生产过程中质量控制使用。

1) 枞酸和去氢枞酸的紫外分光光度计法与原标准的不同之处：

修改了试样的制备方法，为减少称量误差，将原标准的试样称取量 0.015g 增加为 0.40g，定容方法相应修改，最终浓度保持不变。

2) 枞酸、去氢枞酸和四氢枞酸的气相色谱法测定与原标准的不同之处：

- 修订了对气相色谱分析方法原理的说明，使更加准确。
- 为了增加使用便利性，增加了甲酯化试剂的配制方法。
- 将原标准推荐使用的色谱柱由OV-17（30 m×0.25 mm×0.50 μm）修改为相同极性的DB-17（30 m×0.25 mm×0.25 μm），DB-17分离效果更好，得到的色谱图更具代表性。色谱柱型号规格没有必要严格限定，能满足需求即可，故为推荐使用。
- 气相色谱条件由原来的一段程序升温：初温200℃（保留2min），升温速率1℃/min，终温250℃。修改为三段程序升温：起始温度150℃，保持2 min，以5℃/min升温至200℃，再以1℃/min升温至224℃，然后再以5℃/min升温至250℃，保持10min。

修改的原因，见以下（三）2所述的气相色谱检测方法的研究。

- 对气相色谱分析条件增加了补充性说明：气相色谱仪分析条件为非强制条件，仅作参考。实际使用中可根据不同的仪器进行调整，所采用条件能实现所有树脂酸的有效分离即可。这一点也更符合气相色谱仪的实际性能。
- 气相色谱用载气由“氮气”修改为“氮气或氦气”，原因是目前不少实验室使用氦气作为载气，而其效果也优于氮气。
- 结果表示中增加了树脂酸成分的定性方法，提供了三种方法：用标准样品的GC图对照、用本标准附录A~F所提供的气相色谱图对照、以及通过质谱联仪的NIST数据库检索确定各树脂酸成分。以适合不同情况的氢化松香树脂酸的定性方法。
- 本文件附录A中，列入了不同四氢含量的氢化松香的特征色谱图以及归一化数据处理的结果，原标准附录中只有一个普通氢化松香的气相色谱图。不同氢化程度的氢化松香产品二氢枞酸和四氢枞酸的数量不同，色谱峰的个数不同（如下图4~7所示）。将普通氢化松香、高度氢化松香的色谱图分别列入，这样检测氢化松香树脂酸时，可以更好地将不同氢化程度的氢化松香的色谱结果与附录A中色谱图相对应。

6.8 删除了原标准中“氧吸收量”的指标

氢化松香的氧吸收量在原标准中为选测指标，氢化松香使用单位对该项指标一般没有要求，故根据各方意见，作了删除。

### (三) 试验验证的分析

#### 1. 技术指标的修订

标准工作组收集了三个氢化松香生产厂家的多个氢化松香样品，工厂检测的数据汇总见表 1□3。其中，表 1-1□表 1-3 为广西华林化工有限公司产品指标；表 2 为广西梧州日成林产化工有限公司产品技术指标；表 3 为广西鼎弘树脂有限公司氢化松香主要树脂酸含量。

表 1-1 广西华林化工有限公司氢化松香技术指标

批次 桶号	颜色（罗维邦） 黄-红	软化点 （℃）	酸值 （mg/g）	枞酸 （%）UV	枞酸 （%）GC	去氢枞酸 （%）UV	去氢枞酸 （%）GC	二氢树脂 酸（%）	四氢树脂 酸（%）
1	9-1.2	73.4	164.5	1.17	1.08	5.1	7.5	68.7	20.1
2	9-1.3	73.6	165.2	1.69	1.58	5.0	7.5	67.9	18.2
3	9-1.2	73.7	165.2	1.73	1.59	5.2	7.3	67.3	18.4
4	10-1.4	73.8	164.8	1.23	1.02	4.3	6.8	65.1	23.6
5	10-1.4	73.9	164.6	1.61	1.44	3.6	6.0	68.9	21.0
6	10-1.3	72.8	164.3	0.58	0.45	5.3	6.4	65.3	23.4
7	10-1.4	73.2	163.0	0.32	0.19	4.7	5.5	56.2	34.0
8	9-1.3	73.0	163.6	0.44	0.00	4.7	6.3	59.4	31.7
9	10-1.3	73.0	164.1	0.15	0.00	6.2	7.4	47.7	40.1
10	10-1.3	72.6	163.2	0.15	0.00	5.8	7.0	47.9	40.8

表 2-1 广西梧州日成林产化工有限公司普通氢化松香技术指标

批次	颜色（罗维邦） 黄-红	软化点 （℃）	酸值 （mg/g）	枞酸 （%）	去氢枞酸 （%）	四氢树脂 酸（%）	类别
1	8-0.8	76.0	167.3	0.73	6.3	28.9	普通氢化松香
2	8-0.8	76.9	166.2	0.49	7.6	29.3	
3	9-1.6	76.8	168.5	1.02	5.5	29.6	
4	5-1.0	74.4	-	0.37	7.4	29.6	
5	8-1.0	76.9	-	0.74	6.7	29.7	
6	8-0.8	78.3	168.3	0.10	6.8	37.9	

7	8-0.8	75.5	167.2	0.11	7.7	38.6	高度氢化松香
8	5-0.9	75.3	-	0.10	6.6	39.5	
9	12-1.1	77.2	-	0.89	5.2	39.6	
10	5-0.9	75.3	-	0.10	6.6	39.5	
11	10-1.7	77.2	-	0.10	6.9	57.4	特别高度 氢化松香
12	8-0.8	76.3	-	0.10	7.6	60.3	
13	8-0.6	75.2	-	0.10	6.1	68.1	
14	3-0.8	79.9	-	0.10	4.3	72.7	
15	8-1.0	78.5	-	0.10	5.3	73.3	

表 3 广西鼎弘树脂有限公司氢化松香技术指标

类别	枞酸 (%)	去氢枞酸 (%)	二氢树脂酸 (%)	四氢树脂酸 (%)
普通氢化松香	0.5	8.9	60.1	25.7
高度氢化松香	0.2	9.7	40.4	46.3
全氢化松香	0	9.4	9.1	74.0

根据以上数据和意见反馈，保持原标准普通氢化松香和高度氢化松香的指标，增加了全氢化松香的技术指标。

## 2. 气相色谱检测方法的研究

采用原标准的一段升温方法：初温 200℃（保留 2min），升温速度 1℃/min，终温 250℃。

对氢化松香样品进行 GC 测试时，发现在 GC 图的前段、中段和后段都有树脂酸没有很好的分离。所以，我们对 GC 测试的起始温度、第一段终温和第二段终温度分别进行了研究。

### 1) 起始温度对主要的四氢树脂酸色谱峰分离效果影响

在柱流速和分流比一定的情况下，考察了起始温度对主要的四氢树脂酸色谱峰分离效果影响，色谱图和分析结果如下：

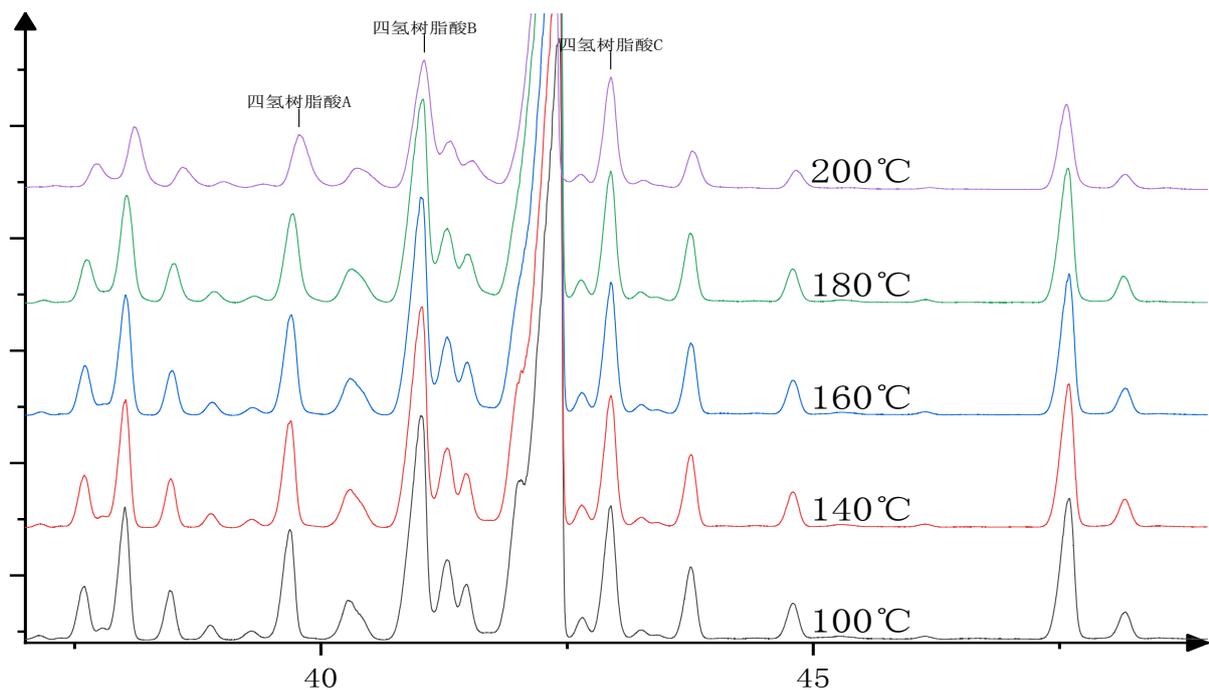


图 1 不同起始温度的 GC 图

表 4 不同起始温度对四氢树脂酸 A、B 和 C 分离度的影响

分离效果 起始温度	四氢树脂酸 A		四氢树脂酸 B		四氢树脂酸 C	
	半峰宽	分离度	半峰宽	分离度	半峰宽	分离度
200°C	0.199	0.998	0.202	0.656	0.142	1.129
180°C	0.163	1.328	0.193	0.697	0.141	1.26
160°C	0.147	1.467	0.182	0.845	0.138	1.259
140°C	0.14	1.608	0.182	0.825	0.140	1.256
100°C	0.137	1.600	0.179	0.879	0.137	1.253

由图 1 和表 1 可以看出，降低起始温度四氢树脂酸的半峰宽减小，分离度提高，但是起始温度为 160°C 到 140°C 以后，提高分离度的程度不大，甚至四氢树脂酸 C 的分离度有减小的趋势，另外降低起始温度，会增加分析时间，综合考虑，选择 150°C 作为起始温度。

## 2) 第一段终温对分离效果的影响

采用 150°C 初温，分别升温至 200°C、210°C、220°C、230°C，然后恒温一段时间，考察温度对分离效果的影响，结果如下：

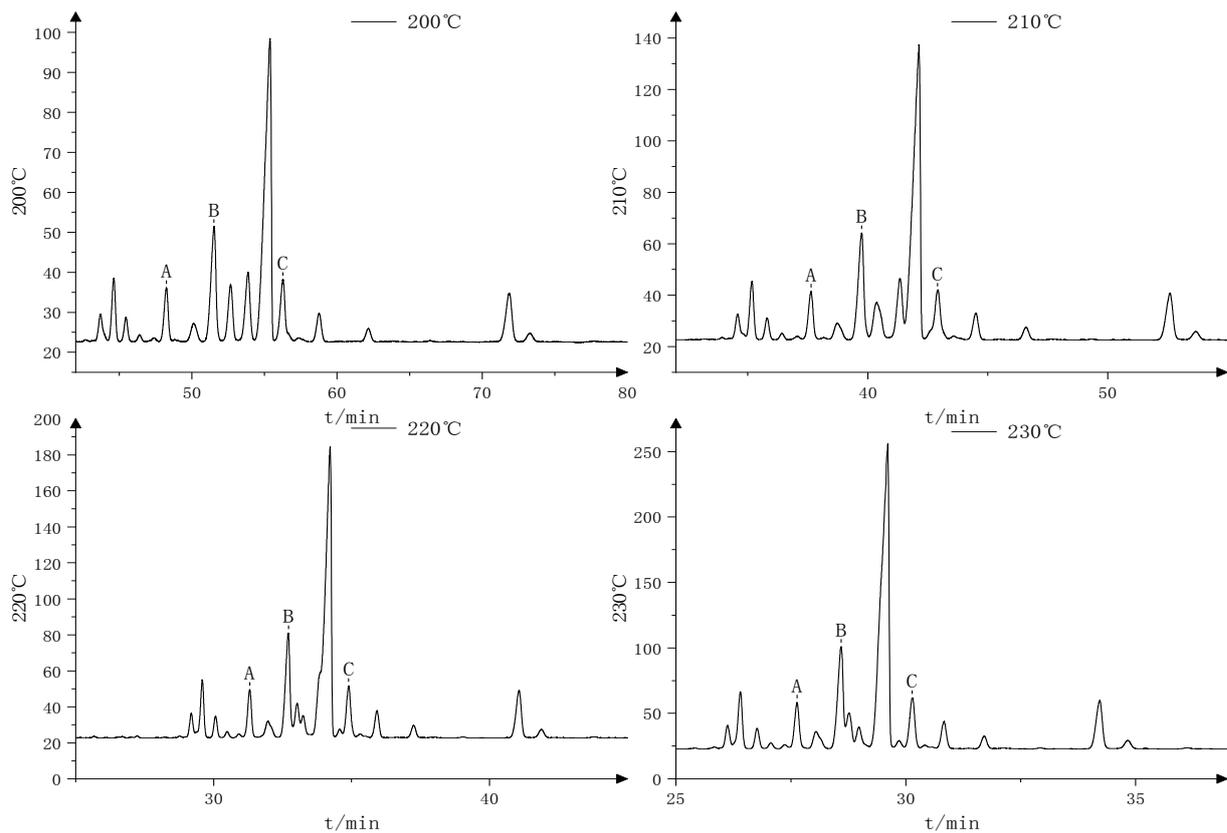


图 2 不同中段温度 1 的 GC 图

对比四个温度的色谱图，对于主要的四氢树脂酸 A，B，C，A 在四个温度点都能达到完全分离，B 在低温 200°C 和 210°C 也能达到完全分离，但是在 220°C 和 230°C 两个点分离效果反而变差，C 随温度的升高，分离度逐渐提高。温度低有利于 B 的分离，温度高有利于 C 的分离，所以第一段终温 200°C 为宜。

### 3) 第二段和第三段之间的转折温度对分离效果的影响

为了四氢树脂酸 B 和 C 都能达到好的分离效果，在测试的第三段进行快速升温，为了找到第二段和第三段之间合适的转折温度，考察了转折点分别为 220°C、222°C、224°C、226°C、228°C 时四氢树脂酸 B 和 C 的分离效果，结果如下：

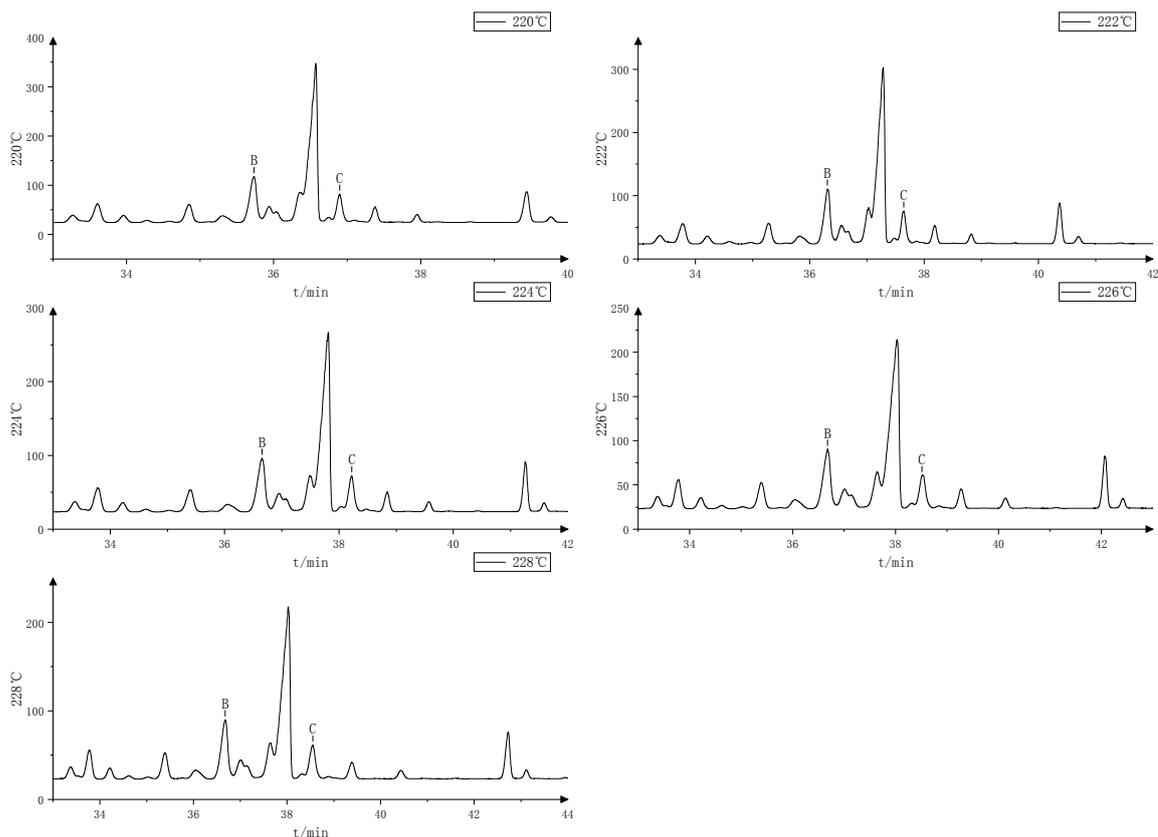


图 3 不同转折点温度的 GC 图

表 5 不同转折点温度对四氢树脂酸 B 的分离度的影响

分离效果 转折温度	四氢树脂酸 B		四氢树脂酸 C	
	半峰宽	分离度	半峰宽	分离度
220°C	0.153	1.073	0.083	0.956
222°C	0.117	1.085	0.094	0.912
224°C	0.155	1.123	0.108	0.848
226°C	0.157	1.058	0.132	0.835
228°C	0.155	1.109	0.142	0.791

由图 3 和表 5 可以看出，在转折温度 224°C 时四氢树脂酸 B 的分离度最大，选择 224°C 作为转折点。

#### 4) 气相色谱条件确定

根据以上条件优化，确定本文件的分析条件：

推荐色谱柱 DB-17 (30 m×0.25 mm×0.25 μm)；

气化室温度 260°C；载气流速 0.5ml/min，分流比 50:1，进样量 0.5 μL。采用程序升温：初温

150℃（保留 2min），升温速度 5℃/min 到 200℃，然后升温速度 1℃/min 到 224℃，升温速度 5℃/min 到 250℃（保留 10min）。

得到的不同氢化程度的氢化松香的气相色谱图如图 4~7。图中，A 为二氢树脂酸，B 为四氢树脂酸，C 为去氢枞酸，D 为枞酸。

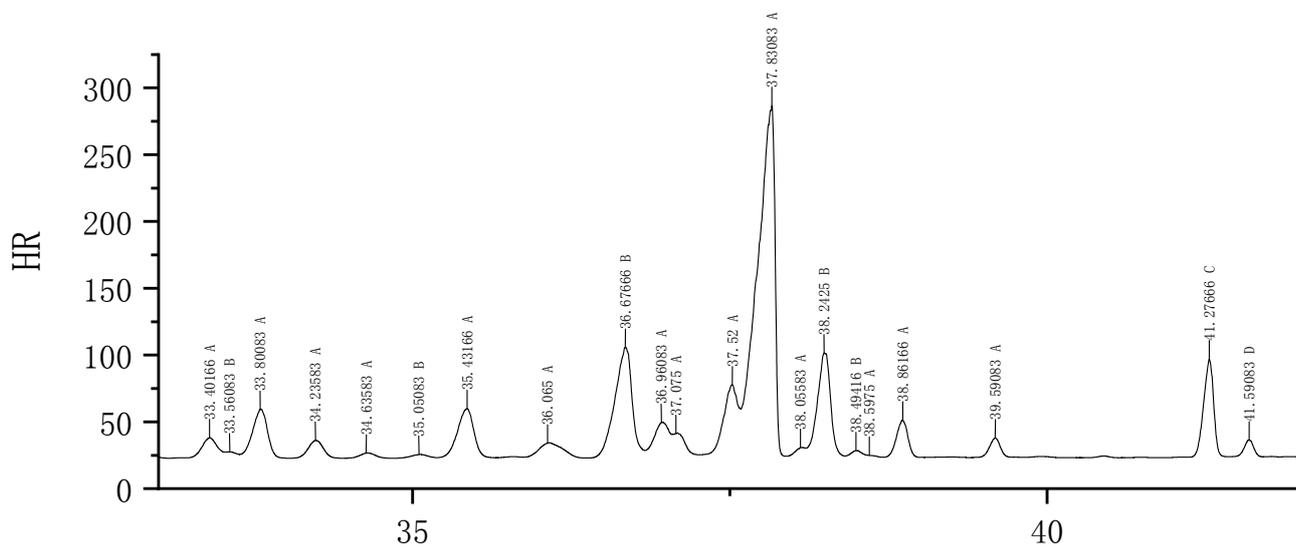


图 4 普通氢化松香（HR）GC 图

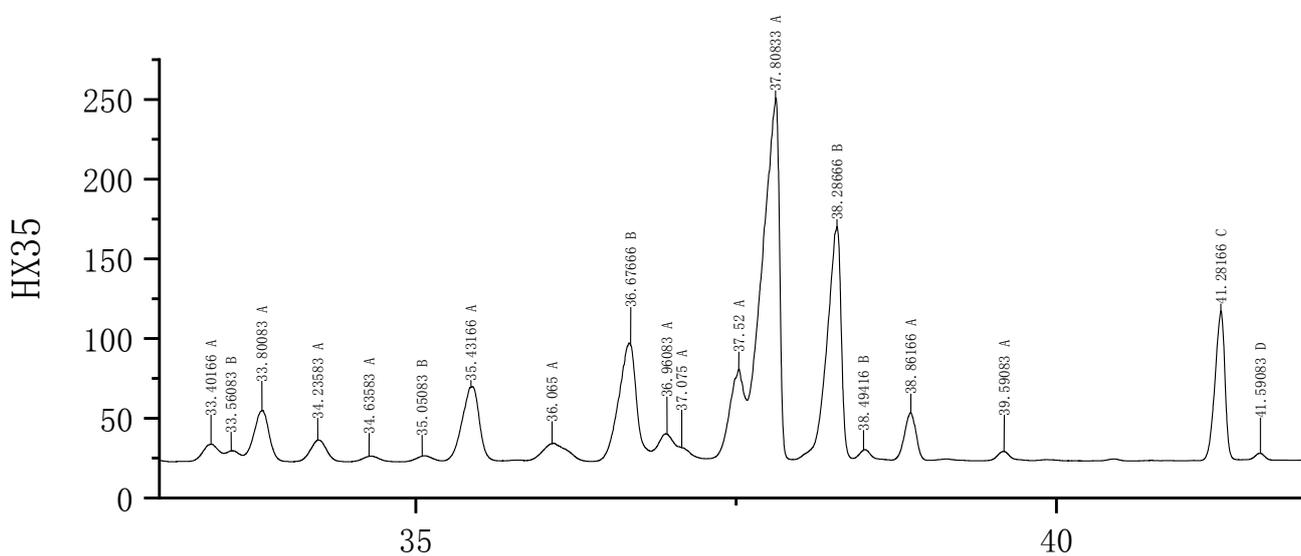


图 5 高度氢化松香（HX-35）GC 图

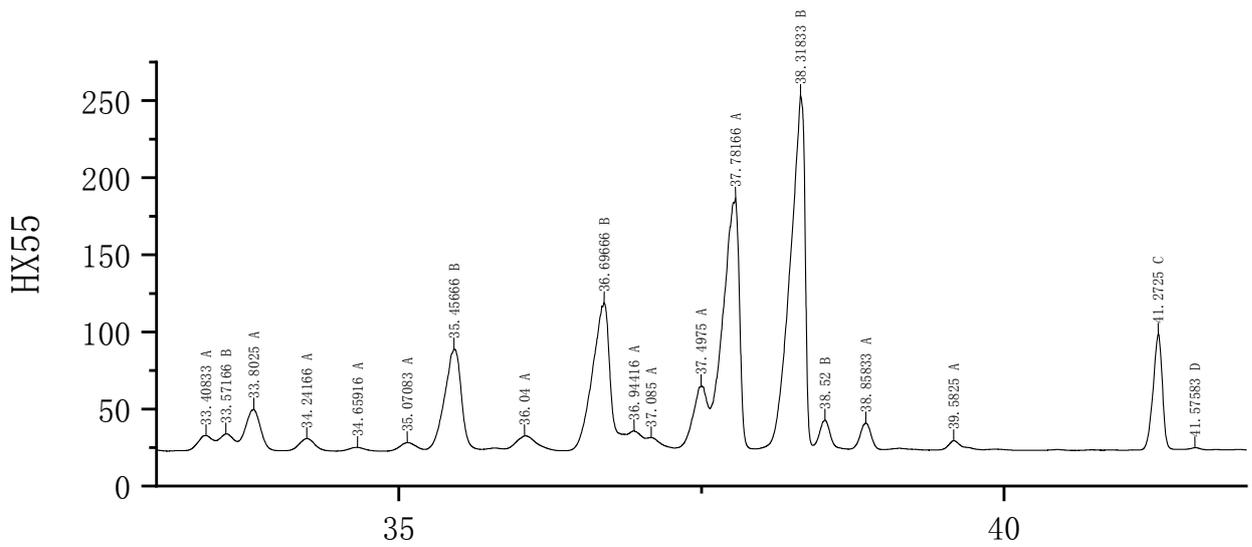


图 6 高度氢化松香 (HX-55) GC 图

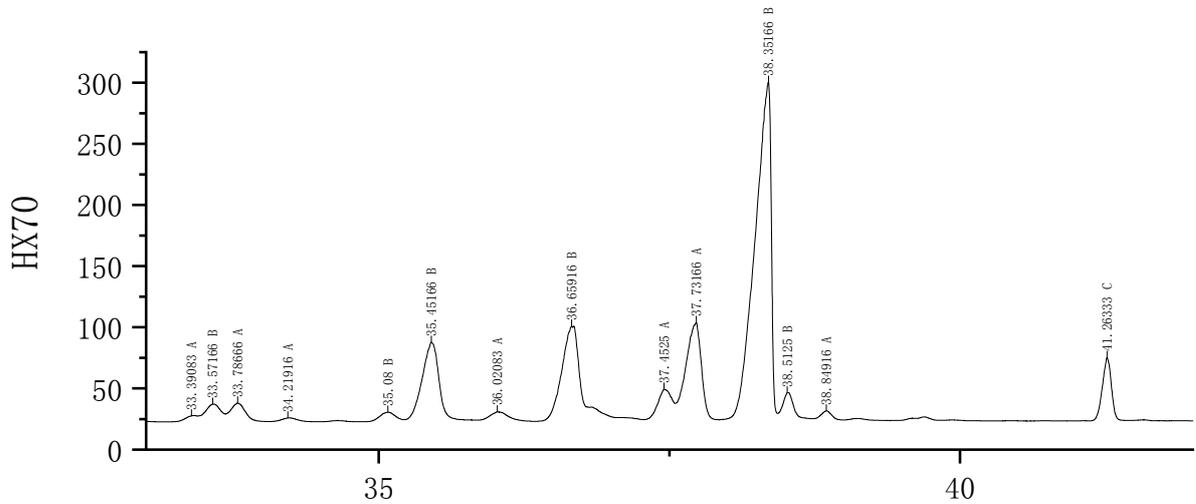


图 7 特别高度氢化松香 (HX-70) GC 图

结果证明本文件规定的检验方法具有可操作性强、重复性好、结果精确度高等特点，符合作为国家标准用检验方法的要求。

### 3. 修订前后技术指标的对比

原标准与本文件对氢化松香技术指标的对比如下：

表 6 氢化松香技术指标（修订前）

项……………目		指……………标					
		普通氢化松香			高度氢化松香		
		特级	一级	二级	特级	一级	
外……………观		透明					
颜色	玻璃色块比色		符合松香色度标准块的要求				
	不深于罗维邦色号		黄	12	20	30	12
		红	1.4	2.1	2.5	1.4	2.1
酸值, mg/g		≥	162.0	160.0	158.0	164.0	160.0
软化点 (环球法), °C		≥	72.0	71.0	70.0	73.0	72.0
乙醇不溶物, %		≤	0.020	0.030	0.040	0.020	0.030
不皂化物, %		≤	7.0	8.0	9.0	7.0	8.0
枞酸, %		≤	2.00	2.50	3.00	0.50	1.00
去氢枞酸, %		≤	10.0	10.0	15.0	8.0	10.0
氧吸收量 <sup>a</sup> , %		≤	0.20	0.20	0.30	0.20	0.20
四氢树脂酸, %		≥	←			30.0	
a. 根据用户需要选测。←							

表 7 氢化松香技术指标（修订后）

项目		指标							
		普通氢化松香			高度氢化松香		全氢化松香		
		特级	一级	二级	特级	一级			
外观		黄色至浅黄色透明固体							
颜色	加纳色号	≤	6	7	8	6	7	1	
	或 罗维邦色号	≤	黄	12	20	30	12	20	←
		红	1.4	2.1	2.5	1.4	2.1	←	
软化点 (环球法) / (°C)		≥	72.0	71.0	70.0	73.0	72.0	73.0	
酸值 / (mg/g)		≥	162.0	160.0	158.0	164.0	160.0	164.0	
乙醇不溶物 / (%)		≤	0.020	0.030	0.040	0.020	0.030	0.20	
不皂化物 / (%)		≤	7.0	8.0	9.0	7.0	8.0	7.0	
枞酸 / (%)		≤	2.00	2.50	3.00	0.50	1.00	0.20	
去氢枞酸 / (%)		≤	10.0	10.0	15.0	8.0	10.0	8.0	
四氢枞酸 / (%)		≥	←			30.0		60.0	

#### 四. 预期的经济效益、社会效益和生态效益

《氢化松香》国家标准内容的修订将对我国氢化松香的检测、认证等方面起到规范和指导作用，提升松香行业技术水平，从而进一步推动国内松香深加工产业的发展。

#### 五. 与国际、国外同类标准技术内容的对比情况或与外样品关数据对比情况

本标准在修订过程中没有查询到相应的国际、国外同类产品标准，但是有美国伊士曼化

学公司部分同类产品的数据，见表 8。

表 8 美国伊士曼化学公司氢化松香技术指标

项目	指标	
	部分氢化松香 (Staybelite-E)	全氢化松香 (Foral AX-E)
颜色 (加纳色号)	<1	<1
软化点 (环球法) / (°C)	72.6	81.0 (滴落法)
酸值 / (mg/g)	157.4	165.0
乙醇不溶物 / (%)	--	--
不皂化物 / (%)	--	--
枞酸 (UV法) / (%)	0.01	0.1
去氢枞酸 / (%)	7.47	--
二氢树脂酸	51.24	--
四氢树脂酸 / (%)	39.02	>60.0

可见，主要技术指标规定的范围与国内产品相一致。

## 六. 与有关法律、行政法规及相关标准的关系

本文件与有关的现行法律、法规和强制性国家标准无矛盾、冲突关系。

## 七. 主要不同意见的处理

本文件在征求修订意见过程中，主要分歧为普通氢化松香软化点是否要提高？

广西梧州日成林化有限公司建议“将普通氢化松香的软化点，分别提高 2°C，即特级、一级、二级依次调整为 74.0°C、73.0°C、72.0°C。理由为：氢化松香软化点过低难破碎，与脂松香标准也不匹配。

广西华林化工有限公司的意见是维持原来的指标，理由如下：

(1) 华林采用的熔融法的加氢工艺，而不是溶剂法，熔融法工艺生产的产品软化点与酸价会下降较多，如果提高软化点标准，华林的普通氢化松香特级品率就会降低。

(2) 松香标准软化点特级要求 76°C，以其为原料熔融法生产氢化松香，难以得到 74°C 以上的产品；

(3) 氢化松香甘油酯标准 GB10287-2012，要求其软化点 78~90°C，若用氢化松香软化点 74°C 以上的原料生产氢化松香甘油酯，对应生产的氢化松香甘油酯产品软化点会超出标准要求范围。

广西鼎弘树脂有限公司采用的熔融法和溶剂法两种工艺，他们的意见是软化点可以提高。

我们根据生产企业的意见和他们产品的技术指标，综合用户反馈的意见，决定维持原来标准的指标。

#### 八. 涉及专利的有关说明

无。

#### 九. 实施国家标准的要求，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

建议文件报批后，尽快出版发行；颁布后，开展必要的标准宣传工作和举办相应技术培训班，更好的促进本标准的贯彻实施；在颁布的同时，原国家标准 GB/T 14020-2006《氢化松香》随即废止。

#### 十. 其他说明事项

无。

《氢化松香》标准修订工作组

2023年9月10日