ICS 83.040
G 32

中华人民共和国国家标准

GB/T 37042—2018

六亚甲基二异氰酸酯

Hexamethylene diisocyanate

2018-12-28 发布　　2019-07-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会　发布

前　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC 63)归口。

本标准起草单位:万华化学集团股份有限公司、科思创聚合物(中国)有限公司、浙江禾欣科技有限公司、山东省产品质量检验研究院、海洋化工研究院有限公司。

本标准主要起草人:陈毅峰、孙淑常、乙志静、尚永华、黄长荣、王越峰、孙玉成、张娟、邹淑珍、李芳、刘翔、石磊、孙海红。

六亚甲基二异氰酸酯

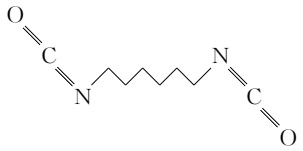
警示——六亚甲基二异氰酸酯属于危险化学品第 6.1 类毒害品。皮肤或眼睛接触会造成刺激或过敏，吸入会引起过敏或哮喘症状，甚至中毒。操作时佩戴防护手套、防护眼镜和呼吸防护器具。具体可以向生产企业索取安全技术说明书。

1 范围

本标准规定了六亚甲基二异氰酸酯（以下简称 HDI）的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存等内容。

本标准适用于己二胺经光气化法制得的六亚甲基二异氰酸酯。

结构简式：



分子式：$C_8H_{12}N_2O_2$

相对分子质量：168.19（按 2016 年国际相对原子质量）

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 3723 工业用化学产品采样安全通则

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

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

3 技术要求

六亚甲基二异氰酸酯应符合表 1 的要求。

表 1　六亚甲基二异氰酸酯指标

项目		指标
外观		清澈透明液体，无悬浮物
色度，Hazen(铂-钴号)	≤	30
纯度 w/%	≥	99.50
异氰酸根(NCO)含量 w/%	≥	49.70
水解氯含量/(mg/kg)	≤	100

4　试验方法

4.1　一般规定

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水或相当纯度的水。分析中所需标准溶液、制剂及制品，在没有其他规定时，均按 GB/T 601、GB/T 603 规定制备。

4.2　外观

将试样置于清洁、干燥的透明玻璃器皿中，在自然光照射下，直接目视观察。

4.3　色度

按 GB/T 6324.6 规定的方法执行。

4.4　纯度

按附录 A 规定的方法执行。

4.5　异氰酸根(NCO)含量

按 GB/T 12009.4 规定的方法执行。

4.6　水解氯含量

按附录 B 规定的方法执行。

5　检验规则

5.1　检验项目

表 1 中规定的所有项目均为产品出厂检验项目。

5.2　组批

相同原料、相同工艺，连续生产的均匀产品为一组批。

5.3　取样

按 GB/T 3723、GB/T 6678 和 GB/T 6680 中规定的方法进行。每批产品取样 2 瓶，每瓶样品量不

少于 250 mL，分别装于两个清洁、干燥、密封良好的容器中，一个供检验，一个保存备查，并粘贴标签注明产品名称、批号、取样日期等信息。取样和样品保存过程需做好防潮、防水。

5.4 判定规则与复检规则

产品质量合格判定，采用 GB/T 8170 中“修约值比较法”。检验结果均符合本标准要求即为合格，检验结果若有任何一项不符合本标准要求，应重新自同批产品两倍量的包装中取样进行检验，罐装产品应重新多点取样、检验，对不合格项目进行复检，重新检验项目的结果仍不合格，则判整批产品不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

每批产品应有质量检验报告单。每一包装件上应有清晰、牢固的标志，标明产品名称、批号、净重、生产日期、保质期、合格证明、生产厂名、标准编号、防湿防晒和有毒有害等标志，符合 GB 190 相关标志要求，并标明产品使用的注意事项、安全事项以及泄漏洒落处理方法。

6.2 包装

产品包装宜采用桶装、罐装等形式，包装前应充干燥氮气密封包装。

6.3 运输

产品可桶装汽运或槽车运输，装卸和运输过程中应防止猛烈撞击，严禁日晒、雨淋、倒置。

6.4 贮存

应密封贮存在干燥和通风良好的条件下，温度控制在 0 ℃～30 ℃，远离火种和热源，且避免与胺类、酸碱类和醇类物质混储。

本产品自生产日期起，在上述贮存条件下保质期为 9 个月。

附 录 A
（规范性附录）
六亚甲基二异氰酸酯纯度的测定

A.1 方法提要

在规定的试验条件下，将适量 HDI 试样注入配置氢火焰离子化检测器（FID）的气相色谱仪，HDI 及其杂质在色谱柱上被有效分离，测量其峰面积，以面积归一化法计算 HDI 的纯度。

A.2 试剂与材料

A.2.1 载气

氮气或氦气：纯度不低于 99.99%。

A.2.2 燃烧气

氢气：纯度不低于 99.99%。

A.2.3 辅助气

氮气：纯度不低于 99.99%。

A.2.4 助燃气

合成空气：无油，经充分干燥和净化。

A.3 仪器和设备

A.3.1 气相色谱仪

配置有分流/不分流进样口、氢火焰离子化检测器（FID）的气相色谱仪。仪器的动态线性范围应满足定量要求。配备有微量注射器或自动进样器和色谱工作站。

A.3.2 色谱柱

本标准推荐的色谱柱和典型色谱条件见表 A.1。能达到同等分离效果的其他色谱柱和色谱条件亦可使用。

表 A.1 推荐的色谱柱及典型操作条件

色谱柱	毛细管柱
柱管材质	熔融石英
固定相	(5%-苯基)-甲基聚硅氧烷
柱长/m	30
柱内径/mm	0.32

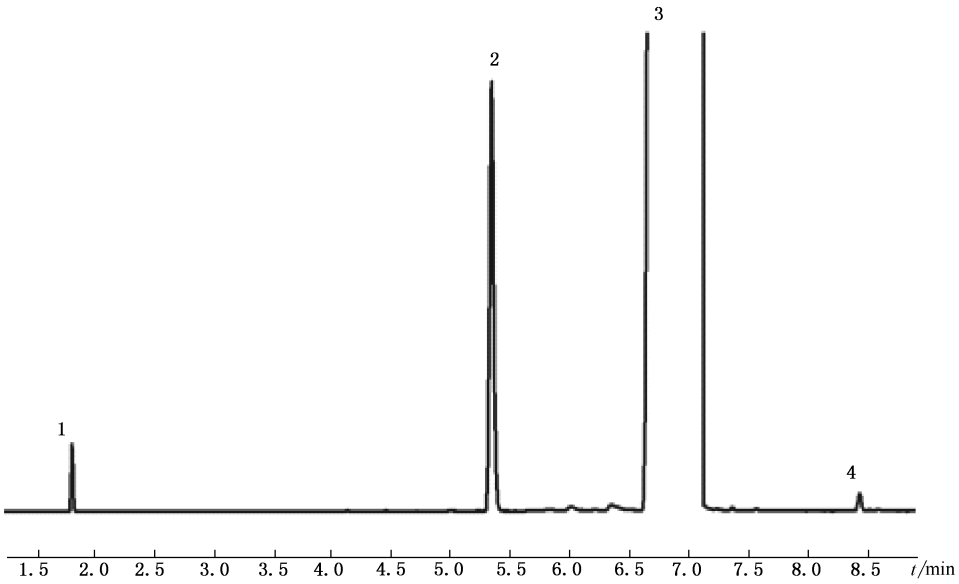
表 A.1（续）

色谱柱		毛细管柱
液膜厚度/μm		0.25
载气		N_2或 He
载气流量/(mL/min)		1.5
升温程序	初始温度/℃	100
	保持时间/min	1
	一阶升温速率/(℃/min)	10
	一阶终温/℃	280
	一阶终温保持时间/min	20
汽化室温度/℃		260
检测器温度/℃		300
进样量/μL		0.2
分流比		20∶1

A.4 分析步骤

样品的测定：按 A.3.2 中的色谱条件设定仪器的色谱参数，待仪器稳定后，用微量注射器抽取 0.2 μL样品直接进样，进行色谱测定。

典型色谱图如图 A.1 所示。



说明：

1——清洗注射器溶剂峰，二氯甲烷；

2——6-氯代己基单异氰酸酯；

3——HDI；

4——2,6-二叔丁基对甲酚(抗氧剂)。

图 A.1 HDI 典型色谱图

A.5 分析结果的表达

A.5.1 计算

HDI的纯度以质量分数表示，按式(A.1)计算：

$$w_1=\frac{A}{\sum A_i}\times 100\% \qquad \cdots\cdots(A.1)$$

式中：

w_1——样品中HDI的纯度；

A ——样品中HDI的色谱峰面积；

A_i——样品中 i 组分的色谱峰面积。

A.5.2 结果的表示

HDI纯度的结果保留至小数点后两位。

A.6 重复性

两次平行测定结果之差的绝对值不大于0.10%。

附 录 B
（规范性附录）
六亚甲基二异氰酸酯水解氯含量的测定

B.1 方法提要

水解氯主要来自生产过程中的氨基甲酰氯和溶解的光气。这两种物质与醇及水反应，生成脲、氨基甲酸酯、二氧化碳和盐酸，生成的盐酸以硝酸银标准溶液用电位滴定法测定。

B.2 试剂与材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水或相当纯度的水。

B.2.1 无水甲醇。

B.2.2 丙酮。

B.2.3 硝酸溶液：硝酸(65%～68%)和水按 1∶3 的体积比混合配制。

B.2.4 氯化钠溶液：$c(NaCl)=100$ mg/L。

称取约 100 mg 的氯化钠，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。

B.2.5 硝酸银标准溶液：$c(AgNO_3)=0.01$ mol/L。

B.3 仪器和设备

B.3.1 自动电位滴定仪，配有银-氯化银电极。

B.3.2 实验室加热设备。

B.3.3 回流冷凝器。

B.3.4 实验室玻璃仪器。

B.4 分析步骤

B.4.1 称取 9 g～11 g(精确到 0.01 g)样品(水解氯含量大于 50 mg/kg 时，则推荐为 4 g～6 g)，到洁净干燥的 300 mL 锥形瓶内，加入 100 mL 甲醇(B.2.1)，安装回流冷凝器(B.3.3)，搅拌，并加热至微沸，保持回流 10 min，使其醇解完全。

B.4.2 从回流冷凝器加入 50 mL 水。

B.4.3 搅拌并加热保持回流 30 min。

B.4.4 加入 20 mL 丙酮(B.2.2)，冷却至室温，移入氯化钠溶液(B.2.4)10.00 mL，加入硝酸溶液(B.2.3)10 mL。

B.4.5 用硝酸银标准溶液(B.2.5)进行电位滴定。

B.4.6 同时做空白试验。

B.5 分析结果的表达

B.5.1 计算

HDI水解氯含量(w_2)以毫克每千克(mg/kg)计,按式(B.1)计算:

$$w_2 = \frac{(V - V_0)cM \times 1\,000}{m} \quad \cdots\cdots (B.1)$$

式中:

w_2——水解氯的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

V ——滴定样品时消耗的硝酸银标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0——滴定空白时消耗的硝酸银标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——硝酸银标准溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氯的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)(M=35.4 g/mol);

m ——样品的质量,单位为克(g)。

B.5.2 结果的表示

以两次重复测定结果的算术平均值表示其分析结果。

B.6 重复性

两次平行测定结果之差的绝对值不大于5 mg/kg。