

Q/WBL

温州邦鹿化工有限公司企业标准

Q/WBL 001-2018

添加剂 1001、ADG、ADH

锦纶聚合专用消泡剂

二氧化钛悬浮液稳定剂

温州邦鹿化工有限公司发布

前 言

本标准由温州邦鹿化工有限公司提出并负责起草。

本标准主要起草人：许道沈、马海龙、林洁。

1 范围

本标准规定了添加剂 1001、ADG、ADH，锦纶聚合专用消泡剂，二氧化钛悬浮液稳定剂的产品要求、检验规则、包装，运输和贮存。

2 规范性引用文件

GB/T6283 化工产品中水分含量的测定卡尔费休法（通用方法）

GB/T6678-2003 化工产品采样总则

GB/T6679 固体化工产品采样总则

GB/T8170 数值修约规则与极限数值的表示与判定

GB/T 606-2003 化学试剂 水分测定通用方法卡尔费休法

3 要求

3.1 产品等级

根据对产品质量的要求，将产品分为优等品和一等品两个等级。

表 1 添加剂 1001 的质量要求

项目	指标	
	优等品	一等品
含量 %	>98%	>95%
含水 %	<1.9%	<3%

表 2 ADG 的质量要求

项目	指标	
	优等品	一等品
含量 %	>99%	>96%
含水 %	<1%	<3%

表 3 ADH 的质量要求

项目	指标	
	优等品	一等品
含量 %	>98%	>96%
含水 %	<2%	<4%

表 4 锦纶聚合专用消泡剂的质量要求

项目	指标	
	优等品	一等品
PH 值	7-9	<7 或 >9

表 5 二氧化钛悬浮液稳定剂的质量要求

项目	指标	
	优等品	一等品
固含量 %	≥95	<95
含水量 %	<2	≥2

4 添加剂 1001 分析方法

4.1 含量的测定

4.1.1 仪器及设备

容量瓶，移液管，烧杯，三角瓶，无水乙醇（AR），0.1mol/L 的 HCl 标准溶液，甲基红指示剂。

4.1.2 分析步骤

称取 2 克（准确至 0.0001）试样至 100ml 烧杯中，加入无水乙醇 25ml 使其充分溶解，转移至 100mL 容量瓶中用无水乙醇定容，摇匀，用 25ml 移液管移取 25mL 上述溶液于 150mL 三角瓶中，加入 2 滴甲基红指示剂，用 0.1mol/LHCl 标准溶液滴定溶液至由黄色变为粉红色，保持 10 秒不褪色即为终点。记录消耗 HCl 标准溶液体积，计算含量。

4.1.3 结果计算：以质量分数（%）表示其含量

$$X=C_{HCL} \times V_{HCL} \times 443 \times 4 \times 100 / 2000 \times M$$

其中：C_{HCL}：标准溶液的浓度；

V_{HCL}：消耗 HCL 标准溶液的量；

M：试样重量。

4.2 含水量的测定

4.2.1 仪器及试剂

卡尔费休水分测定仪，卡尔费休试剂，甲醇(AR)。

4.2.2 分析步骤

（1）标定：反应杯中加入适量分析纯甲醇作为底液，使用 10 微升纯水进行标定，取其相对误差不大于 5%的两次数据的平均值计算滴定度。

（2）样品测量：于反应杯中加入约 0.5g（精确到 0.0001g）样品，进行滴定，到达终点后，记录结果。

4.3 灰分含量

4.3.1 仪器及设备

电炉、马弗炉

4.3.2 分析步骤

称取约 5 克（精确至 0.0001g）于 800±20℃恒重的瓷坩埚中（建议时间 12-16 小时），置于电炉上碳化完全，将碳化好的样品置于马弗炉中 800±20℃灼烧至恒重，计算灼烧残渣含量（以重量不在变少为准）。

4.3.3 含量计算

$$w\% = \frac{(W3 - W1)}{(W2 - W1)} \times 100$$

其中：W1：空蒸发皿重量；

W2：蒸发皿和碳化前的重量；

W3：蒸发皿和碳化后干残渣的重量。

4.4 检验规则

4.4.1 当日同一成品包装可视为一个批号。

4.4.2 取样

当日同一成品取三次，按生产时间，不同包装袋抽查取样，放在清洁干燥的磨口瓶中，粘贴标签，注明产品名称、取样日期、批号等。

4.4.3 检验

公司质量检验部门对产品进行出厂检验，检验包括以上所有项目要求，只有当项目要求全部符合时才能入库及出厂。

4.4.4 判定

检验结果中如有一项不符合本标准要求，应重新取样进行检验，检验结果有一项不符合本标准要求时，则整批视为不合格。

4.5 包装、运输与贮存

4.5.1 包装

本产品采用 15KG 纸箱进行包装，内含塑料薄膜袋。

4.5.2 运输

本产品运输过程中应防止猛烈撞击。

4.5.3 贮存

本产品应存放于通风、干燥的仓库或货棚中。在符合本标准规定的运输、贮

存条件下，自生产之日起，贮存期 8 个月，本产品超过贮存期后，按本标准规定检验合格后仍可使用。

5 ADG 的试验方法

5.1 含量测定（方法一）

5.1.1 仪器及设备

气相色谱仪 sp2100, FID 检测器, BF2002 色谱工作站, 毛细管色谱柱(OV-1), 30m, 0.32mm、0.25um。

5.1.2 仪器操作条件

气化室温度：250℃；检测室温度：290℃；

升温程序：初始温度 80℃保持 3 分钟，10℃/min 升温至 230℃，保持 15 分钟；

柱流量：1ml/min；

分流比：30:1；

进样体积：0.2μL。

5.1.3 测定步骤

仪器就绪后，注入一针空白溶液，再注入 0.2μL 样品，平行测定二次，取算术平均值作为测定结果，采用面积归一法计算含量。

5.2 含量测定（方法二：酸碱滴定法）

5.2.1 测定原理

将试样溶于适量水中，以甲基红为指示剂，用盐酸标准溶液滴定至终点。

5.2.2 试剂及仪器

本方法中所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和不含二氧化碳的三级水。

HCl 标准溶液：0.5mol/L；

甲基红指示剂：0.1%乙醇溶液；

酸式滴定管：50mL；

三角瓶：150mL；

分析天平：d=0.1mg；

5.2.3 测定步骤

称取约 1 克（准确至 0.0001g）试样至 150ml 三角瓶中，加入 40ml 水使其充分溶解，加入 2 滴甲基红指示剂，用 0.5mol/L 的 HCl 标准溶液滴定溶液至由黄色变为粉红色，保持 10 秒不褪色即为终点。记录消耗 HCl 标准溶液体积，按下式计算含量 X：

$$X=(V.C\times0.1598)/(m\times2)\times100\%$$

其中：C：HCl 标准溶液的浓度，mol/L；

V：消耗 HCl 标准溶液的体积，mL；

m：试样质量，g。

5.3 含水量测定

参照 GB/T606-2003 化学试剂水分测定通用方法卡尔费休法

5.3.1 仪器及试剂

卡尔费休水分测定仪、甲醇（分析纯）、冰乙酸（分析纯）、纯水。

5.3.2 测定步骤

5.3.2.1 开机：按仪器面板上的电源开关，开启仪器。

5.3.2.2 测量步骤

（1）冲洗：将馈液管插到废液瓶中，按主界面上的滴定管>冲洗>开始，冲洗循环三次，冲洗管路，并排除气泡。然后在滴定杯中加入甲醇约 50 毫升，需没过电极的双铂针和馈液管的防扩散头。

（2）按主界面>滴定剂>设置实际浓度，设定实际浓度为 5mg/mL，点击浓度测定，进行参数设定，设定后，点击开始样品图标进行预滴定，预滴结束后，开始样品图标变绿，此时可以进行标定。点击开始样品，吸取 10 微升纯水，打开进样口塞子，将水一次性加入反应杯中，盖好塞子，在仪器屏幕上点击确认，输入样品质量 0.01g，点击确定，仪器开始搅拌滴定，滴定完成后屏幕显示结果，仪器就绪后可进行第二次标定，三次标定后查看结果，相对偏差小于 0.5%符合要求后记录结果，结束标定，点击 OK 确认滴定剂浓度。

（3）测量样品：底液中加入 2 毫升冰乙酸，在点击主界面>滴定分析>启动方法，同标定过程一样，仪器就绪后，准备适量样品，置于天平上清零，点击开始样品，打开进样口塞子，进样，在仪器屏幕上点击确认，将称样器置于天平上，称出样品质量，在仪器屏幕上输入样品质量（约 0.5g 左右，精确至 0.0001g），

点击确定，仪器开始搅拌滴定，滴定完成后屏幕显示结果。

5.4 检验规则

5.4.1 当日同一成品包装可视为一个批号。

5.4.2 取样

采样使用清洁干燥的取样管，深入包装容器的上、中、下取样，总取样量不得少于 1000ML,混合均匀后，分装在一个清洁干燥的磨口瓶中，当日同一成品取三次，按生产时间，粘贴标签，注明产品名称、取样日期、批号等。

5.4.3 检验

公司质量检验部门对产品进行出厂检验，检验包括以上所有项目要求，只有当项目要求全部符合时才能入库及出厂。

5.4.4 判定

检验结果中如有一项不符合本标准要求，应重新取样进行检验，检验结果有一项不符合本标准要求时，则整批视为不合格。

5.5 包装、运输与贮存

5.5.1 包装

本产品采用 160KG 塑料桶装。

5.5.2 运输

本产品运输过程中应防止猛烈撞击。

5.5.3 贮存

本产品应存放于通风、干燥的仓库或货棚中。在符合本标准规定的运输、贮存条件下，自生产之日起，贮存期 8 个月，本产品超过贮存期后，按本标准规定检验合格后仍可使用。

6 ADH 的试验方法

6.1 含量的测定

6.1.1 分析仪器

色谱仪、1 μ L 进样器。

6.1.2 测定方法

恒温，用氢离子火焰检测（FID）面积归一法计算用 1 μ L 微量进样器进样

6.1.3 操作条件

柱温 110℃；进样器温度 230℃；检测器温度 240℃；进样量 0.1μL；柱压 0.06MPa；载气为氮气。

6.1.4 分析步骤

- (1) 打开稳压电源；
- (2) 打开氮气阀，打开净化器的载气开关阀，然后检查是否漏气，保证气密性良好；
- (3) 调节氮气流量为适当值；
- (4) 调节氢气开关阀，调节空气、氢气流量到适当值；
- (5) 设置柱温 110℃，进样器温度 230℃，FID 检测器温度 240℃；
- (6) 打开计算机与工作站相结合；
- (7) FID 检测器温度达到 150℃以上，按 FIRE 键点燃 FID 检测器火焰；
- (8) 设备 FID 检测器灵敏度和输出信号衰减；
- (9) 待所设参数达到设置时，即可进样分析；
- (10) 实验完毕后，先关闭氢气和空气，用氮气将色谱柱吹净后关机。

6.2 含水量测定（手动法）

参照 GB/T606-2003 化学试剂水分测定通用方法，卡尔费休法。

6.2.1.分析仪器

卡尔-费休水份滴定仪。

6.2.2 操作方法

(1) 滴定甲醇中的水份，首先加入无水甲醇（分析纯）于反应瓶中，至淹没电极电极裸露端，用手按动滴定管上的滴定玻璃珠，用卡尔费休液进入反应瓶中，些时电流表指示数个上升并慢慢增大，到反应瓶中的液体颜色由浅转为棕色，当电流表接近 45-48μA 处，并基本不变，即可认为此值为滴定终点值。

(2) 标定卡尔费休试剂滴定度

用双链球加压使卡尔费休试剂到达滴定满刻度，再用微型注射器取蒸馏水 10ml，通过加料口橡皮赛注入反应器中，这时反应瓶中原有变为淡黄色，这时滴入卡尔费休试剂到跟滴定甲醇中的水份一样操作，当电流和上次滴定的值一样为终点。这时记下滴定管中所消耗的卡尔费休液的体积值 mL(单位)。进行卡尔费休试剂滴定度 T 的计算： $T=G_b/V_b$ ，式中： G_b 为标准水的重量 (mg)； V_b 为滴

定时所消耗的卡尔费休液的体积。

(3) 样品测定：

用注射器取样品约 0.1g（精确至 0.0001g）注射于反应瓶中，进行滴定，电流表指示数个上升并慢慢增大，到反应瓶中的液体颜色由浅转为棕色，当电流表接近 45-48 μ A 处，并基本不变，即可认为此值为滴定终点值，记下样品消耗试剂量 V(单位 mL)。

百分含量计算： $X=TV/G*100\%=TV/10G$

其中 T：卡尔费休试剂的滴定度（mg/mL）；

V：滴定样品时所消耗的卡尔费休液体体积 mL；

G：样品的质量，g。

6.3 含水量测定（自动）

6.3.1 分析仪器及试剂

卡尔费休水分测定仪，甲醇（分析纯），纯水。

6.3.2 测定步骤

6.3.2.1 开机：按仪器面板上的电源开关，开启仪器

6.3.2.2 测量步骤

（1）冲洗：将馈液管插到废液瓶中，按主界面上的滴定管>冲洗>开始，冲洗循环三次，冲洗管路，并排除气泡。然后在滴定杯中加入甲醇约 50 毫升，需没过电极的双铂针和馈液管的防扩散头。

（2）标定：按主界面>滴定剂>设置实际浓度，设定实际浓度为 5mg/mL，点击浓度测定，进行参数设定，设定后，点击开始样品图标进行预滴定，预滴结束后，开始样品图标变绿，此时可以进行标定。点击开始样品，吸取 10 微升纯水，打开进样口塞子，将水一次性加入反应杯中，盖好塞子，在仪器屏幕上点击确认，输入样品质量 0.01g，点击确定，仪器开始搅拌滴定，滴定完成后屏幕显示结果，仪器就绪后可进行第二次标定，三次标定后查看结果，相对偏差小于 0.5%符合要求后记录结果，结束标定，点击 OK 确认滴定剂浓度。

（3）测量样品：在点击主界面>滴定分析>启动方法，同标定过程一样，仪器就绪后，准备适量样品，置于天平上清零，点击开始样品，打开进样口塞子，进样，在仪器屏幕上点击确认，将称样器置于天平上，称出样品质量，在仪器屏

幕上输入样品质量（约 0.1g 左右，精确至 0.0001g），点击确定，仪器开始搅拌滴定，滴定完成后屏幕显示结果。

6.4 检验规则

6.4.1 当日同一成品包装可视为一个批号。

6.4.2 取样

采样使用清洁干燥的取样管，深入包装容器的上、中、下取样，总取样量不得少于 1000ML，混合均匀后，分装备在一个清洁干燥的磨口瓶中，当日同一成品取三次，按生产时间，粘贴标签，注明产品名称、取样日期、批号等。

6.4.3 检验

公司质量检验部门对产品进行出厂检验，检验包括以上所有项目要求，只有当项目要求全部符合时才能入库及出厂。

6.4.4 判定

检验结果中如有一项不符合本标准要求，应重新取样进行检验，检验结果有一项不符合本标准要求时，则整批视为不合格。

6.5 包装、运输与贮存

6.5.1 包装

本产品采用 170KG 铁桶。

6.5.2 运输

本产品运输过程中应防止猛烈撞击

6.5.3 贮存

本产品应存放于通风、干燥的仓库或货棚中。在符合本标准规定的运输、贮存条件下，自生产之日起，贮存期 8 个月，本产品超过贮存期后，按本标准规定检验合格后仍可使用。

7 聚合专用消泡剂的实验方法

7.1 PH 值的测定

7.1.1 分析仪器

分析天平、PH 试纸、烧杯等。

7.1.2 测定方法

（1）取适量待测聚合专用消泡剂盛放于事先备好的烧杯中；

(2)用 PH 试纸直接蘸取少量或用玻璃棒蘸取后滴至 PH 试纸,对照比色纸,读取 PH 值并记录。

7.2 沉降测定

取 1 克聚合专用消泡剂(精度到 0.001 克),加入 15 克蒸馏水,搅拌均匀看是否分层,不分层就合格。

7.3 检验规则

7.3.1 当日同一成品包装可视为一个批号。

7.3.2 取样

当日同一成品取三次,随机抽取三桶进行测样,放在清洁干燥的磨口瓶中,粘贴标签,注明产品名称、取样日期、批号等。

7.3.3 检验

公司质量检验部门对产品进行出厂检验,检验包括以上所有项目要求,只有当项目要求全部符合时才能入库及出厂。

7.3.4 判定

检验结果中如有一项不符合本标准要求,应重新取样进行检验,检验结果有一项不符合本标准要求时,则整批视为不合格。

7.4 包装、运输及贮存

7.4.1 包装

本产品采用 20KG 塑料桶装。

7.4.2 运输

本产品运输过程中应防止猛烈撞击。

7.4.3 贮存

本产品应存放于通风、干燥的仓库或货棚中。在符合本标准规定的运输、贮存条件下,自生产之日起,贮存期 8 个月,本产品超过贮存期后,按本标准规定检验合格后仍可使用。

8 二氧化钛悬浮液稳定剂的试验方法

8.1 固含量测定

8.1.1 设备及仪器:烘箱、干燥器、分析天平。

8.1.2 测定方法

取 20 克二氧化钛悬浮液稳定剂（精度到 0.001 克），在 110 度的烘箱中烘一小时，取出后在干燥器中冷却到常温，再用分析天平称量冷却后的二氧化钛悬浮液稳定剂，读取示数 M（克）。

则固含量 $w=M/20\times 100\%$

其中：w：二氧化钛悬浮液稳定剂的固含量，%；

M：烘干干燥冷却后的质量，g。

8.2 含水量测定

8.2.1 测量原理

测定二氧化钛悬浮液稳定剂中的含水量，采用差量法。

8.2.2 设备及仪器

烘箱、干燥器、分析天平。

8.2.3 测量步骤

取 20 克分散剂（精度到 0.001 克），在 110 度的烘箱中烘一小时，取出后在干燥器中冷却到常温，再用分析天平称量冷却后的二氧化钛悬浮液稳定剂，读取示数 M（克）。

则含水量： $X=(1-M/20)\times 100\%$

其中：X：二氧化钛悬浮液稳定剂的含水量，%；

M：烘干干燥冷却后的质量，g。

8.3 检验规则

8.3.1 当日同一成品包装可视为一个批号。

8.3.2 取样

当日同一成品取三次，按生产时间，不同包装袋抽查取样，放在清洁干燥的磨口瓶中，粘贴标签，注明产品名称、取样日期、批号等。

8.3.3 检验

公司质量检验部门对产品进行出厂检验，检验包括以上所有项目要求，只有当项目要求全部符合时才能入库及出厂。

8.3.4 判定

检验结果中如有一项不符合本标准要求，应重新取样进行检验，检验结果有一项不符合本标准要求时，则整批视为不合格。

8.4 包装、运输及贮存

8.4.1 包装

本产品包装采用 25KG 袋装。

8.4.2 运输

本产品运输过程中应防止猛烈撞击。

8.4.3 贮存

本产品应存放于通风、干燥的仓库或货棚中。在符合本标准规定的运输、贮存条件下，自生产之日起，贮存期 8 个月，本产品超过贮存期后，按本标准规定检验合格后仍可使用。