

Q/YD

江苏怡达化学股份有限公司

企业标准

Q/YDJY ZY0095-2021

硼酸酯

2021-3-20 发布

2021-3-30 实施

江苏怡达化学股份有限公司

发 布

前 言

本文件由江苏怡达化学股份有限公司归口。

本文件起草部门：检验部。

本文件起草人：黄华、彭华英。

本文件审核人：蔡向阳、杜金花、吴逊、冷翔英。

本文件批准人：刘淮。

硼酸酯

1 范围

本标准规定了硼酸酯的技术要求、试验方法、检验规则、包装、标志、运输和贮存等。

本标准适用于以醇醚和硼酸为原料，采用脱水合成法制得的硼酸酯。该产品是生产机动车辆制动液的主要原料。

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，仅所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 12981 机动车辆制动液
GB/T 265 石油产品运动粘度测定法和动力粘度计算法
GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
GB/T 3143 液体化工产品颜色测定法（Hazen单位—铂-钴色号）
GB/T 4472 化工产品密度、相对密度的测定
GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）
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
SH/T 0430 刹车油平衡回流沸点测定方法

3 要求

3.1 硼酸酯应符合表1的规定。用户对产品性能指标有特别要求的，可用合同形式加以确认。

表1 要求

项 目	指 标		
	I 型	II 型	III型
外 观	无色或淡黄色透明液体	透明液体	清澈透明液体
平衡回流沸点，℃	≥ 295	-----	≥ 285
-40℃低温运动粘度，(mm ² /s)	≤ 1250	≤ 1300	≤ 2000
pH 值	≥ 4.0	-----	≥ 4.0
湿平衡回流沸点，℃	≥ 210	-----	-----
水分，%	≤ 0.5	≤ 0.15	-----
硼含量，%	≥ 1.85	-----	-----

色度 (Hazen 单位, 铂-钴色号)	≤ 40	-----	-----
密度, (20℃), g/cm ³	-----	0.881 ~ 0.891	-----
硼酸含油率, %	-----	10.8 ~ 11.4	-----

4 试验方法

4.1 警告

试验方法规定的试验过程中可能导致危险情况, 操作者应采取适当的安全与防护措施。

4.2 一般规定

除非另有说明, 在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和GB/T 6682中规定的三级水规格。分析中所用标准溶液、制剂及制品, 在没有注明其它要求时, 均按GB/T 601、GB/T 603制备。

4.3 外观的测定

目测

4.4 平衡回流沸点的测定

按SH/T 0430的规定进行。

4.5 -40℃低温粘度的测定

按GB/T 265的规定进行。

4.6 pH值的测定

4.6.1 仪器及试剂

- 4.6.1.1 数显 pH 计;
- 4.6.1.2 pH 为 6.86 和 4.0 的缓冲试剂;
- 4.6.1.3 无水乙醇;
- 4.6.1.4 蒸馏水;
- 4.6.1.5 0.1 mol/L 氢氧化钠水溶液。

4.6.2 分析步骤

4.6.2.1 将乙醇与蒸馏水按体积比 (1: 1) 配成混合溶剂, 在 23 ± 5 °C 下用浓度为 0.1 mol/L 的氢氧化钠水溶液调节 pH 值为 7.0 ± 0.1 。若 0.1 mol/L 的氢氧化钠水溶液消耗量超过 4 mL, 则混合溶剂应重新配制。

4.6.2.2 用待测样品与混合溶剂等体积配成试样。

4.6.2.3 用 pH 6.86 缓冲溶液和 pH 4.0 缓冲溶液对电极进行校准。

4.6.2.4 在 100 mL 烧杯中加入 50 mL 试样, 插入校准后的复合电极, 待数据稳定后, 记录读数。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的10%。

4.7 湿平衡回流沸点的测定

按GB 12981的规定进行检测。

4.8 水分的测定（库伦法 K-F）

4.8.1 仪器

4.8.1.1 微量水分测定仪。

4.8.1.2 分析天平：分度值为 0.0001 g。

4.8.2 材料和试剂

4.8.2.1 进样针：0.1 mL 或 1 mL。

4.8.2.2 K-F 试剂；

4.8.2.3 纯净水。

4.8.3 操作步骤

4.8.3.1 根据仪器说明书，对仪器进行自检、装配、空白电流清除和标定。

4.8.3.2 测定。

4.8.4 结果计算

水分的含量 w ，数值以%表示，按式（1）计算：

$$w = \frac{A \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A ——仪器显示读数，单位为微克（ μg ）；

m ——试样的质量，单位为克（g）。

仲裁时应按库伦法进行仲裁分析。

4.9 硼含量的测定

4.9.1 仪器

4.9.1.1 pH 计；

4.9.1.2 分析天平；

4.9.1.3 滴定仪；

4.9.1.4 搅拌器；

4.9.1.5 20 mL 滴定管；

4.9.1.6 小型磁力转子；

4.9.1.7 烧杯 500 mL。

4.9.2 试剂

4.9.2.1 NaOH 标准滴定溶液 $C(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ ；

4.9.2.2 HCl 滴定溶液 $C(\text{HCl})=0.05 \text{ mol/L}$ (用蒸馏水 1:1 稀释)；

4.9.2.3 D-甘露醇；

4.9.2.4 蒸馏水。

4.9.3 试验步骤

- 4.9.3.1 用 500 mL 烧杯在分析天平上称取最少 1 g 样品，精确到 0.1 mg，并记录。
- 4.9.3.2 加 180 mL 蒸馏水。
- 4.9.3.3 加入小型磁力转子。
- 4.9.3.4 烧杯放置在搅拌器上。
- 4.9.3.5 开启搅拌。
- 4.9.3.6 滴定设备降低到 pH 电极能浸没到溶液，但滴定管要保持液体以外。
- 4.9.3.7 用 HCL 溶液滴定到 pH=3.5，使溶液呈酸性（酯裂解），这个体积读数不需要记录。
- 4.9.3.8 用 NaOH 溶液准确滴定到 pH=5.50，这个真正滴定的起点，这个体积读数不需要记录，滴定仪上显示的体积读数调整到 0。
- 4.9.3.9 称取 10.00 gD-甘露醇并加到样品中。
- 4.9.3.10 等待甘露醇溶解掉。
- 4.9.3.11 用 NaOH 溶液准确滴定到 pH=8.50。
- 4.9.3.12 读取消耗的 NaOH 溶液的量，并记录。

4.9.4 硼含量的计算

硼含量 $W(B)$ ，数值以%表示，按公式（2）计算：

$$W(B) = \frac{V \times t \times c \times M \times 100}{m \times 1000} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- $W(B)$ ——硼含量，%；
- V ——NaOH溶液的体积，mL；
- t ——NaOH溶液的滴定度，1.002；
- c ——NaOH溶液的浓度，mol/L；
- M ——硼的摩尔质量，10.81g/mol；
- m ——样品的质量，g。

4.10 色度的测定

按GB/T 3143的规定进行检测。

4.11 密度的测定

按GB/T 4472中密度计法的规定进行检测。

4.12 硼酸含油率的测定

硼酸含油率，数值以%表示，按公式（3）计算：

$$\text{硼酸含油率}\% = \frac{W(B) \times M_1}{M_2} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- $W(B)$ ——硼含量，%；
- M_1 ——硼酸的摩尔质量，61.8g/mol；
- M_2 ——硼的摩尔质量，10.81g/mol。

5 检验规则

5.1 第3章要求中规定的所有项目均为出厂检验项目。

5.2 以同等质量的产品为一批，可按产品贮罐组批，或按生产周期进行组批。每批产品不超过20 t。

5.3 按GB/T 6678及GB/T 6680的规定进行采样。采样总体积不少于500 mL。将样品平均分为两份，放入清洁干燥的玻璃瓶中，盖紧密封，贴上标签。标签上应注明产品名称、批号、采样日期及采样者姓名。一瓶供检验用，另一瓶保存备查。

5.4 硼酸酯由质量监督检验部门进行检验。生产厂应保证每一批出厂的产品都符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书，内容包括：生产厂名称、产品名称、批号或生产日期、净质量和本标准编号等。

5.5 检验结果的判定按GB/T 8170中规定的修约值比较进行。如有检验结果不符合本标准要求，则应重新从双倍包装桶中取样进行复查。复查结果即使只有一项指标不符合本标准要求，则该批产品不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 硼酸酯包装容器上应有牢固的标志，标明产品名称、生产厂名称、厂址、商标、批号或生产日期、净质量、本标准编号。

6.2 硼酸酯应用清洁、干燥的镀锌铁桶或烤漆桶、塑料桶包装，每桶净质量误差不得大于标定净质量的0.5%。

6.3 硼酸酯运输时应有遮盖物，防止曝晒。运输装卸应按照危险货物运输规定进行，轻抬、轻放，以免破损引起事故。

6.4 硼酸酯应贮存在阴凉、干燥、通风处，隔离热源，与性质相互抵触的物质分开存放。在符合本标准包装、运输和贮存条件下，硼酸酯自生产之日起，保质期为一年。逾期可重新检验，检验结果符合本标准要求时，仍可继续使用。
