

ICS 83.080

G 32

备案号:37918—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4182—2012

尼龙 66 切片

Nylon66 chips

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国塑料标准化技术委员会通用方法和产品分会(SAC/TC15/SC4)归口。

本标准起草单位：中国神马集团有限责任公司、国家合成树脂质量监督检验中心、中蓝晨光化工研究院有限公司。

本标准起草人：马源、李鹏洲、李晓辉、何泽涵、秦新颖、刘建强、王建东。

尼龙 66 切片

1 范围

本标准规定了尼龙 66 切片的术语和定义、产品分类、命名规则、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以己二酸和己二胺为原料制得的尼龙 66 切片的生产、检验和销售。该产品主要用于纺丝、工程塑料行业。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

- 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 1040 塑料拉伸试验方法
- GB 1043 塑料简支梁冲击试验方法
- GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法
- GB 2547 塑料树脂取样方法
- GB/T 8170 数值修约规则
- GB/T 9345 塑料灰分通用测定方法
- GB 12006.1 聚酰胺粘数测定方法
- GB 12006.2 聚酰胺含水量测定方法
- GB/T 19466.3 塑料 差示扫描量热法(DSC) 第3部分：熔融和结晶温度及热焓的测定
- HG/T 3862 塑料黄色指数试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

全消光切片

指二氧化钛含量介于 $[(0.5 \sim 1.7) \pm 0.1] \%$ 的尼龙 66 切片。

3.2

半消光切片

指二氧化钛含量介于 $[(0.1 \sim 0.5) \pm 0.02] \%$ 的尼龙 66 切片。

3.3

湿尼龙切片

指直接聚合后，不再经过氮气保护固相聚合处理，水分含量不小于 0.3 % (质量分数) 的尼龙 66 切片。

3.4

干尼龙切片

指聚合后，再经过氮气保护固相聚合处理，水分含量低于 0.1 % (质量分数) 的尼龙 66 切片。

4 产品分类

根据产品用途, 尼龙 66 切片分类情况见表 1。

表 1 尼龙 66 切片分类表

序号	分类	应用领域
1	纺丝用尼龙 66 切片	民用丝、工业丝、地毯丝、短纤和丝束
2	工程塑料用尼龙 66 切片	低粘、中粘、高粘

5 命名规则

- 5.1 按产品的应用领域和技术特征进行命名。
- 5.2 采用英文字母和阿拉伯数字共 4 个字符组命名产品牌号。
- 5.3 第 1 个字符组表示产品用途分类。尼龙 66 切片纺丝级用 FY 表示, 工程塑料级用 EP 表示。
- 5.4 第 2 个字符组表示产品特性。用 R 表示聚酰胺树脂。
- 5.5 第 3 个字符组表征产品在硫酸中的相对粘度的 10 倍。
- 5.6 第 4 个字符组表示产品使用二氧化钛添加量的 1000 倍或其他品种添加的代号, 若产品中不含有二氧化钛添加剂, 其他添加剂的代号将依次向前补位。
- 5.7 产品系列牌号命名规则的具体格式如下:

$\frac{\times \times}{\textcircled{1}}$
 $\frac{\times}{\textcircled{2}}$
 $\frac{\times \times}{\textcircled{3}}$
 $\frac{\times \times \times \times \times}{\textcircled{4}}$

- ①: 产品应用领域;
- ②: 产品技术特征;
- ③: 产品在硫酸中的相对粘度的 10 倍;
- ④: 产品使用的添加剂和特性类型。

5.8 产品系列牌号中的符号说明

FY——纺丝级 EP——工程塑料级 R——聚酰胺树脂 T——二氧化钛
 H——高氨基含量 K——添加剂 KI CL——添加剂己内酰胺

例 1: $\frac{\text{FY}}{\textcircled{1}}$ $\frac{\text{R}}{\textcircled{2}}$ $\frac{25}{\textcircled{3}}$ $\frac{\text{T03CL}}{\textcircled{4}}$

指相对粘度 2.5 左右, 含二氧化钛 0.3 % 左右, 添加有己内酰胺的纺丝级聚酰胺切片。

例 2: $\frac{\text{EP}}{\textcircled{1}}$ $\frac{\text{R}}{\textcircled{2}}$ $\frac{27}{\textcircled{3}}$

指相对粘度 2.7 左右的工程塑料级聚酰胺切片。

6 要求

6.1 纺丝用尼龙 66 切片质量应符合表 2 所示的要求。

表2 纺丝用尼龙66切片要求

项目	分 类							
	民用丝		工业丝		地毯丝		短纤、丝束	
	优等	合格	优等	合格	优等	合格	优等	合格
熔点/℃	258±5							
粒度/(g/100 粒)	1.7±0.3							
黑粒/(个/kg) (0.3 mm<直径<1 mm)	≤10	≤30	≤10	≤30	≤10	≤30	≤10	≤30
相对粘度	$M_1 \pm 0.03$	$M_1 \pm 0.05$	$M_2 \pm 0.07$	$M_2 \pm 0.1$	$M_3 \pm 0.03$	$M_3 \pm 0.05$	$M_3 \pm 0.03$	$M_3 \pm 0.05$
端氨基/(meq/kg)	38±3		50±5		48±5		68±4	
黄色指数 ≤	-1							
水分(质量分数)/%	≤0.09	≤0.11	≤0.09	≤0.11	≤0.09	≤0.11	≤0.09	≤0.11
注 1: $2.30 \leq M_1 \leq 2.60$; $2.60 < M_2 \leq 3.20$; $2.50 \leq M_3 \leq 2.80$ 。								
注 2: 产品中不允许有黑粒直径大于等于 1 mm。								

6.2 工程塑料用尼龙66切片质量应符合表3所示的要求。

表3 工程塑料用尼龙66切片要求

项 目	分 类					
	低 粘		中 粘		高 粘	
	优 等	合 格	优 等	合 格	优 等	合 格
熔点/℃	258±5					
粒度/(g/100 粒)	1.7±0.3					
黑粒/(个/kg) (0.3 mm<直径<1 mm)	≤10	≤30	≤10	≤30	≤10	≤30
相对粘度	M ₄ ±0.03	M ₄ ±0.05	M ₅ ±0.03	M ₅ ±0.05	M ₆ ±0.07	M ₆ ±0.1
端氨基/(meq/kg)	38±3		50±3		36±5	
黄色指数 ≤	—1					
水分(质量分数)/% ≤	0.7					
拉伸强度/MPa ≥	70					
简支梁无缺口冲击强度/(kJ/m ²)	不断					
注 1: 2.20≤M ₄ ≤2.50; 2.50<M ₅ ≤2.80; 2.80<M ₆ ≤3.30。						
注 2: 产品中不允许有黑粒直径大于等于 1 mm。						

7 试验方法

7.1 熔点的测定

7.1.1 检测方法

按 GB/T 19466.3 的规定执行。

7.1.2 数据修约

试验结果按 GB/T 8170《数值修约规则》规定修约到个数位。

7.2 粒度的测定

7.2.1 检测方法

在培养皿中数 100 粒切片,放在精度大于 0.01 g 的天平上称量,单位是克每一百粒(g/100 粒)。

7.2.2 数据修约

试验结果按 GB/T 8170《数值修约规则》规定修约到两位小数。

7.3 黑粒的测定

7.3.1 检测方法

7.3.1.1 方法一:称取 1 000 g 样品,倒入杂质粒子分拣仪的漏斗中,设定检测黑粒直径大小范围为 0.3 mm~1.0 mm,启动杂质粒子分拣仪,自动分拣出带黑点的粒子,并显示出粒子的数量,单位为个每千克(个/kg)。

7.3.1.2 方法二:称取 500 g 样品,放入白瓷盘中,在光源照射下,肉眼可看到的具有黑点或黄点的带杂质的颗粒用镊子取出并数出粒子的数量,单位为个每千克(个/kg)。

7.3.1.3 以上两种方法均可使用,方法一为仲裁法。

7.3.2 数据修约

试验结果按 GB/T 8170《数值修约规则》规定修约到个位数。

7.4 相对粘度的测定

7.4.1 试液的制备

称取(0.5±0.000 2) g 试样,称样时应快速以避免吸水,如果称样时间超过 2 min,弃去并重新取样称量。

把试样转移到干燥过的 50 mL 容量瓶中,加入 30 mL 浓度为(96±0.15)%(质量分数)的标准硫酸溶液,塞上塞子在恒温振荡器中,小于 60℃下振荡直至试样完全溶解。相对粘度小于 2.80 的溶解时间用 120 min,相对粘度大于 2.80 的溶解时间用 150 min~180 min,完全溶解后,把溶液冷却至 25℃,用溶剂稀释至刻度并混合均匀。在稀释过程中,溶液温度应处在 23℃~28℃。

7.4.2 检测方法

按 GB 12006.1 的规定执行。

7.4.3 数据修约

试验结果按 GB/T 8170《数值修约规则》规定修约到两位小数。

7.5 端氨基的测定

7.5.1 方法提要

将尼龙 66 切片溶解在三氟乙醇中,用电位滴定法检测端氨基。

7.5.2 试剂与溶液

三氟乙醇:配成浓度为 88%(质量分数)溶液,用氢氧化钠溶液调 pH 值在 4.3~4.7 之间。

盐酸标准滴定溶液[$c(\text{HCl}) = 0.02 \text{ mol/L}$]:按 GB/T 601 配制。

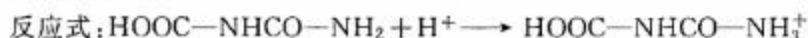
7.5.3 仪器

- a) 天平:具有足够的量程,准确至 1 mg;
- b) 磁力加热搅拌器:最高温度可达 200℃,可调温调速;
- c) pH 计;
- d) 微量自动电位滴定仪:配有两个 10 mL 溶液管;
- e) 磨口锥形烧瓶:100 mL;
- f) 冷凝管。

7.5.4 步骤

称取(0.650 0±0.050 0) g 样品,放入 100 mL 带冷凝管的烧瓶中,加入 88% 的三氟乙醇试剂 40 mL~50 mL,在磁力搅拌器上加热搅拌溶解 30 min~60 min。完全溶解后,将锥形烧瓶放入盛有水

的烧杯中冷却至室温(保持烧瓶与冷凝管相连)。将溶液彻底转移至滴定杯中,开启自动电位滴定仪,在搅拌状态下用 0.02 mol/L 的 HCl 标准溶液滴定,通过电位显示,直到获得明显的拐点,记下消耗标准溶液的量 $V(\text{mL})$ 。



7.5.5 结果计算

$$c_{-\text{NH}_2} = \frac{V \times c_{\text{HCl}} \times 1\,000}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$c_{-\text{NH}_2}$ ——端氨基含量,单位为毫克当量每千克(meq/kg);

c_{HCl} ——盐酸标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——样品量,单位为克(g);

V ——获得明显拐点时消耗 HCl 的量,单位为毫升(mL)。

7.5.6 数据修约

试验结果按 GB/T 8170《数值修约规则》规定修约到个位。

7.6 黄色指数的测定

7.6.1 检验方法

按 HG/T 3862 的规定执行,检测时加入黑色底。

7.6.2 数据修约

试验结果按 GB/T 8170 的规定修约到两位小数。

7.7 水分的测定

按 GB 12006.2 的卡尔·费休法进行测定。

7.8 灰分的测定

7.8.1 检验方法

按 GB/T 9345 的 A 法进行测定。

7.8.2 数据修约

试验结果按 GB/T 8170《数值修约规则》规定修约到 0.01 % (质量分数)。

7.9 拉伸强度的测定

7.9.1 检验方法

按 GB 1040 的规定执行。

7.9.2 数据修约

试验结果按 GB/T 8170《数值修约规则》规定修约到个位。

7.10 简支梁无缺口冲击强度的测定

7.10.1 检验方法

按 GB 1043 的规定执行。简支梁无缺口冲击能量 20 J。

7.10.2 数据修约

试验结果按 GB/T 8170《数值修约规则》规定修约到个位。

8 检验规则

8.1 检验分类

分出厂检验和型式检验。

8.1.1 出厂检验

纺丝用尼龙 66 切片出厂检验项目为:粒度、黑粒、相对黏度、端氨基、黄色指数、水分(用于干切片)和灰分(仅限于添加有二氧化钛的产品);工程塑料用尼龙 66 切片出厂检验项目为:粒度、黑粒、相对黏

度、黄色指数和水分。出厂检验应逐批进行检验。

8.1.2 型式检验

8.1.2.1 型式检验项目为本标准表1和表2中的全部项目。出厂检验的样本应从每批产品的10%包装袋中随机抽取,且不少于三个包装件,样本不少于3 kg;型式检验的抽样应从出厂检验合格的产品中抽取,每批抽样及样本同出厂检验抽样。

8.1.2.2 正常生产每月至少进行一次型式检验。

8.1.2.3 在出现下列情况之一时,应进行型式检验:

- a) 首批生产的产品;
- b) 更新关键生产工艺;
- c) 原材料、工艺配方有较大改变可能影响产品性能时;
- d) 长期停产恢复生产时;
- e) 合同规定。

8.2 组批

8.2.1 每批产品必须是原料、辅助原料、工艺条件和产品规格相同。

8.2.2 大型自动化连续生产线的产品批号可按生产线序号、包装型号、包装日期等分批。

8.2.3 中小型间歇生产线的产品批号可按生产班次、釜次、包装日期等分批。

8.2.4 工艺异常时,应分批包装,另加明显标志。

8.3 抽样

在包装线上随机取样。

8.4 判定规则

尼龙66切片应由生产厂质量检验部门按本标准检验。生产厂应保证出厂的产品均符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附质量证明书,其内容包括:生产厂名称、产品名称、产品等级、批号或生产日期和标准编号。

8.5 复验规则

检验结果的判定按GB/T 1250 修约值比较法进行。检验结果如果有某项指标达不到该等级要求,应重新自两倍量的包装单元中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准要求,则整批产品降等或为不合格。

9 标志、包装、运输、贮存

9.1 标志

尼龙66切片包装袋(或箱)上应有牢固明显的标志,内容包括:厂名、厂址、产品名称、产品牌号、批号、等级、净质量、生产日期、商标、本标准编号和检验合格证。

9.2 包装

湿切片应采用三塑复合袋或环保型复合袋;干切片应采用铝箔袋;亦可根据合同双方另行商定。包装重量由合同双方商定,其单偏差为 $\leq 0.2\%$,总偏差不能为负值。

9.3 运输

尼龙66切片应用清洁、干燥、有顶棚的车厢运输,运输中应防止受潮、日晒,防止包装破损。

9.4 贮存

尼龙66切片应贮存在干燥、清洁的库房内,保持阴凉干燥、防雨防潮,避免阳光照射。

在符合本标准包装、运输和贮存的条件下,自出厂之日起,湿切片保质期为3个月,干切片保质期为6个月。超过保质期可重新检验,检验结果符合本标准要求时产品仍可使用。

中华人民共和国
化工行业标准
尼龙 66 切片

HG/T 4182—2012

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 1/2 字数 13 千字

2013 年 3 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025·1296

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：10.00 元

版权所有 违者必究