

1959

技术革新资料

上海科学技术出版社出版

化学工业

37



提高产品质量技术经验

上海有机化学工业公司技术科编

浸胶机双层浸胶经验总结.....	2
丁醇质量改进.....	4
白内用磁漆提高质量.....	7
加强酸碱值测定提高华蓝质量.....	12
黄丹色泽的改进.....	14
改进二氯异丙醇质量提高环氧氯丙烷得量.....	17

浸膠机双层浸膠經驗总结

浸膠机自从單层浸膠改为双层浸膠以来，在产量上双层浸膠布比單层浸膠布的單位時間产量增加 40~60%，質量上亦完全可以控制。但双层浸膠紙生产过程中常有断裂現象，这样造成原材料浪費及質量上难以控制外，如断在上层則必需用手伸进烘箱把断紙拉出，如此，操作条件是极为困难的。为了节约原材料，提高質量，改善劳动条件，操作工人开动了腦筋，积累了生产中的經驗，目前双层浸膠紙生产过程中的断裂現象已大为减少，但由于原料質量影响，目前还不能完全达到不断。今將生产过程中所积累的經驗总结于下：

1. 原料紙質的質量应有很好的保証，如表面不应有破洞，不准有紙条粘附，紙的边緣应沒有裂縫，紙的连接处应寬一些約 8 公分。其他規格应符合于原材料檢驗标准，否則影响浸膠質量以及受拉力所致而遭断裂。

2. 膠水粘度不宜太厚，否則必需把挤压滚压紧。这样紙的張力相应增大而遭断裂，所以应将膠水粘度控制在 11~14 秒左右，不得超过此范围。

3. 进入烘箱的风門不宜开得太大，一般上风門調节到第 8 格，下风門調节到 2.5 格。否則风压增大，紙在烘箱內的跳动势必加强，这样也容易造成二层紙相互粘住，在出烘箱分离时而遭断裂。

4. 烘箱內托料鉛絲应完整无缺并拉直，上层托料鉛絲应有 8 根，下层应有 65 根，否則上层紙易下陷与下层紙相

粘。

5. 卷取部位的摩擦結合器不能調節得太緊，否則如超過紙質的抗拉強度則易斷裂。摩擦結合器也不能調節得太松，如太松，一則卷取部位的卷取輥會自動停轉，而造成浸漬擠壓輥的反卷現象；二則上層紙也容易下陷。一般應調節到在測定車速的一段紙（約1米長）無下陷及太緊即可。

6. 紙質填充料換卷時的接頭，應用黃糊精緊密粘住，接頭寬度應不小於30公分。

7. 卷取部位膠紙換卷時，截斷的一頭膠紙應拉緊。

在雙層膠紙生產過程中常遇斷裂現象，如斷在下層則在烘箱進口處用木夾把紙邊緣與托料鉛絲夾住，等出烘箱後再把紙頭重新裝上卷取輥。如斷在上層則在烘箱進口處，必需用雙手把濕的膠紙托送入烘箱，另一人應在同時戴好手套打開烘箱旁邊的小門，把膠紙向卷取部位的方向輕輕拉取，待出烘箱後把紙頭重新裝上成品卷取輥。

效果比較

在不斷的情況下：

每班8小時生產量：200公斤膠紙

有斷裂現象的情況下：

每班8小時生產量：195公斤膠紙 廢膠紙5公斤

上海化工厂

丁醇質量改进

一、丁醇生产質量差

我厂于1956年开始生产丁醇,其供应对象有制造噴漆、油漆稀釋剂、酯类、香精、选矿剂、合成丁醛、丁酸、染料、化学膠、試剂等。据一般反映質量不好,主要是顏色帶黃,蒸餾范围幅度較寬,終餾点偏高。至1957年用戶反映逐漸增多,認為制造白色噴漆色澤发黃,制造“信那水”噴漆稀釋剂也由于丁醇顏色黃而不合格。又如制造二酸丁酯得率最低;制造选矿剂-丁基磷酸鈉由于丁醇中含有醛酮及其他雜質,影响其顏色較黃,得率低为25%。做化学膠顏色也黃。又由于丁醇具有臭味,不适宜制造香精。

車間操作工人同志,根据存在情况以及以往操作經驗,摸索出顏色产生的原因,是由于高沸点物和其他雜質的存在。要提高質量去掉雜質,首先是穩定操作,防止由于塔内不穩定而冲帶出来的高沸点物和雜質,其次要降低压力,降低出料温度。經過了一番努力,顏色虽有所改进,但没有从改进設備着手,仅仅严格操作是难于控制的,如操作稍有疏忽,就影响質量。

二、改进質量措施

1. 操作方面:

(1) 統一操作条件,平衡进料出料。

(2) 严格控制蒸汽压力,使塔的温度波动大大减少。

2. 設備方面:

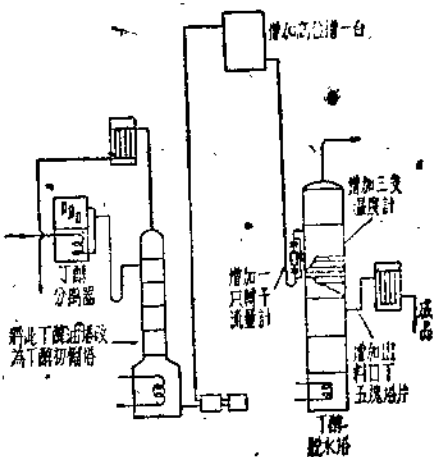
(1) 增加出料口下 5 块塔片, 阻止高沸点物帶出, 使丁醇終餾点的降低起到一定作用。

(2) 增加轉子流量計 1 只, 高位槽 1 只, 使操作便于控制。

(3) 在塔身增加 3 只溫度計, 使操作人員便于控制塔內溫度的变化, 使成品合格率大大提高。

(4) 將丁醇油塔改为初餾塔, 使丁醇預先加溫和脫掉一部分水分。稳定了脫水塔, 进一步提高了产量。

設備改进图



三、效果

經過以上的措施, 丁醇質量不但改进了外觀顏色, 其蒸

露範圍及不揮發物殘渣均超過了英國水平，最近階段沒有收到用戶質量不好的反映。

我廠丁醇與英國丁醇質量比較

指 標	我廠過去	英國固定標準 50 ¹	我廠現在	備 注
1. 外觀顏色	黃色	無色透明	無色透明	
2. 比重	0.808~0.812	0.808~0.812	0.803~0.812	
3. 蒸餾範圍95% (範圍)	115~113.5°C (3.5°C)	115~118°C (3°C)	117~116°C (1°C)	
4. 不揮發物殘渣不大於	0.0025%	0.01%	0.0025%	
5. 酸度(以醋酸計)	0.01%	0.01%	<0.01%	

上海溶劑廠

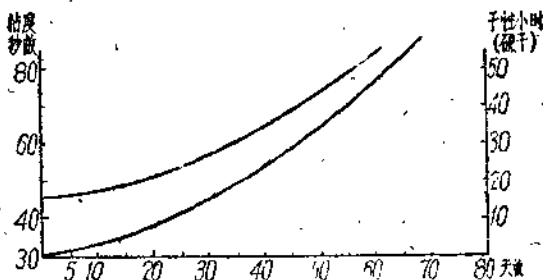
白內用磁漆提高質量

革新經過

我廠在過去製造白色內用磁漆時，系採用失水苯果酸樹脂、純酚醛樹脂、甘油松香及桐油等干性油熬煉而成之漆料，再配成白色內用磁漆。其操作方法，先以失水苯果酸樹脂、甘油松香、桐油置于清漆鍋內，熱到 180°C 關火。將小塊142R樹脂分批徐徐加入，待其全部溶化後，再繼續升溫到 280°C 關火離爐。保溫到要求粘度（一般升溫到 $290^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ ），加入冷的梓定油，降溫到規定溫度，檢驗合格後，降溫到 150°C 以下加入鉛液和松節油。

但是從經驗證明，以往的配方中存在不少缺點，主要表現在以下幾個方面：

1. 粘度易變，即在貯藏過程中粘度亦隨着貯存日期的增加而增高。
2. 在貯藏過程中，干性隨着貯存日期的增加而減慢。



按老的配方在貯藏過程中粘度和干性的變化

3. 听內結皮。
4. 漆膜表面有走絲現象。
5. 有些泛黃。

由于存在以上的缺点，我厂对该漆进行了系统的分析研究，結果发现由于漆料的易变厚而影响到成品的質量。再由漆料进行探討，不同树脂的使用效应，得出初步結論，認為是由于失水苹果酸树脂的不稳定性所造成的后果。

上述情况在几年前就已发现，我厂曾采用过进口貨 Pentalyne G 硬树脂和二酚基丙烷树脂并用，效果尚滿意。后由于貨源中斷，暫以失水苹果酸树脂、純酚醛树脂、甘油松香併用以代替之。一直到去年，上海树脂厂仿 Pentalyne G 硬树脂試制成功以后，我厂就加以采用試制，以提高白內用磁漆的質量。

改进后的配方

我們設計配方时，采用了不同油度長短和純酚醛树脂的用量，前后經几十次的試驗和老配方进行比較，現將較有代表性的試驗結果列表如下，供大家參考。

項目	試驗号数	1	2	3	4	老配方
1. 配 方						失水苯羧酸 树脂11.8 甘油松香9.4
季戊四醇硬脂		24.8	20.2	23.8	22.8	3.6
純酚醛树脂		—	—	1.0	2.0	19.0
桐 油		19.0	22.7	19.0	19.0	5.8
梓 定 油		5.8	7.6	5.8	5.8	1.2
鉛 液		1.2	1.5	1.2	1.2	49.2
松 节 油		49.2	48	49.2	49.2	49.2
2. 油 長		1:1	1:1.5	1:1	1:1	1:1
3. 技术条件						
300°C保溼时间		23分	19分	16分	14分	11分
粘 度(加氏)		9	9	9	9	9
硬度(48小时后14°C)		0.63	0.51	0.642	0.65	0.606
抗水性(沸水)		有小泡	略有小泡	略有小泡	略有小泡	脱落

按白內用磁漆磨成白漆后試驗(配方相同)

項目	試驗号数	1	2	3	4	老配方
配成漆后: 粘 度		33秒	31秒	35秒	33秒	35秒
指触干		1时30分	1时50分	1时30分	1时40分	1时30分
硬 干		18小时	18小时	18小时	18小时	18小时
隔2天后听內情况		不結皮	結皮	不結皮	不結皮	結皮
隔10天后样板暴露情况		泛黄較輕	泛黄較輕	泛黄較輕	泛黄較輕	泛黄严重
隔20天后样板暴露情况		开裂面占 样板70%	50%	40%	40%	36%
隔半个月后粘度变化		33秒	32秒	36秒	36秒	40秒
隔2个月 after 粘度变化		40秒	40秒	43秒	45秒	78秒
干性变化(1个月后)		不变	不变	不变	不变	表面干4小时 硬干36小时以上

新配方的优点

1. 在漆料的熬煉時間方面，新配方的熬煉時間要比老配方長得多。这一方面是純酚醛用量的減少（由于成本及貨源关系），另一方面，季戊四醇樹脂較失水苹果酸樹脂在熬煉上易于控制。

2. 在硬度上是季戊四醇樹脂亦較失水苹果酸樹脂和甘油松香等拼出來的漆料為佳。

3. 在抗水性方面季戊四醇樹脂比失水苹果酸樹脂略為好一些。

4. 干性相差不大。

5. 基本上改變了在听內結皮現象，但油度放長些亦要結皮。

6. 泛黃性方面亦比較有所改善。

7. 在暴曬情况來看，老配方要比新配方為佳。這大概由于新配方內純酚醛樹脂含量低，而季戊四醇樹脂內的失水苹果酸酐含量亦遠較失水苹果酸樹脂為低。

8. 在粘度的穩定性方面，新配方在貯藏過程中變化不大（一般油漆亦允許有在限度以內的變厚情况），但老配方就不對了。

9. 在干性的變化方面，由于季戊四醇樹脂內失水苹果酸酐在貯藏過程中的阻干性，干性變化亦就減少，甚至沒有。

從上述的結論初步可以看出新配方的優點和缺點，缺點方面象熬煉時間比較長，耐暴曬性差（我們考慮到內用漆總是用在室內的，暴曬性能只能作為參考的次要項目），但它

却带来了硬度高，抗水性好，不泛黄性、干性和粘度的稳定，听内不结皮，光泽亮等许多优点。

为了进一步的提高白内用漆的干性、涂刷性、硬度、遮盖力，适当的再降低了油度的比例，从原来的 1:1 降为 1:0.8，在溶剂方面采用松香水代替松节油，提高白色颜料的用量，现在的产品已经赶上香港骆驼牌的水平。

振华造漆厂

加强酸碱值测定提高华蓝质量

华蓝性质较硬，研磨较难，但如配方与操作得宜，也能加以改善。其中漂洗操作对于华蓝润湿性的好坏，尤有重要意义。我厂522华蓝虽加润湿剂，但因漂洗不净，仍有难轧、发胀现象。据振华油漆厂检验统计，凡难轧发胀的华蓝，其酸碱值多在3以下。

我厂检验项目中，原有水溶物一项，以检查漂洗程度是否足够，惟每次检验酸碱值虽在3以下亦能合格，故水溶物一项，对于润湿性的好坏，不能完全作为标准。根据经验，其影响较大的却是华蓝粉子的酸碱值。

国内外华蓝样品的酸碱值，其数据如下：

天津永明油漆厂	4~5
天津545厂	2.8~3
日本货	3.5~5
荷兰货	4~5

根据上列数据，酸碱值多在3以上，惟545厂最高仅达3。实际使用情况，永明厂确实柔软易轧，而545厂华蓝根据油墨厂反映，一般也不易研轧。根据这些情况华蓝的质量与酸碱值有密切关系。

本厂吸收了兄弟厂的经验，在操作中制定了酸碱值测定的措施：

1. 硫酸亚铁液酸碱值控制在1.8~2.0；
2. 压滤前蓝浆必须在酸碱值3.5以上方可进压滤机；

3. 成品酸鹼值 3.5~4.0。

自从加强酸鹼值测定工作后，改进了华藍質量，据兄弟厂反映，过去一般須軋 5~6 道，現在只須軋 3~4 道，甚至只要軋 2 道已能达到要求。

加强酸鹼值的测定以及操作固定化，不仅改进了潤湿性，且对于色光着色力，吸油量，化油性等亦起了改进和稳定作用。

成品酸鹼值测定方法：

称取华藍粉样 5 克，加蒸餾水 200 毫升，煮沸 10 分鐘，冷却至室溫，用酸鹼值計测定之。

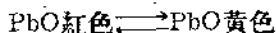
華藍顏料厂

黄丹色泽的改进

我厂所产黄丹（密陀僧—氧化铅）色泽偏红，不够鲜明，且很不稳定，随着时间而转深，结果成红褐色粉末。而国外进口的黄丹，一般多呈淡黄色，颇为鲜艳，虽放置数年，色尚浅淡，转变不多。因此我厂产品不合出口要求。后根据黄丹晶型和色泽随温度而转变的机理，作了一些改进达到了出口的要求。

一、原 理

一氧化铅有二种晶型：红褐色的正方晶形和黄色的斜方晶形。这二种晶形能相互转变，其转变温度（转折点）约在 500°C 左右：



曾经试验在 550°C 将红色一氧化铅焙烧半小时，色泽略为转黄，然仍带红相。但在 650°C 时焙烧半小时，却得到鲜艳的嫩黄色，如檸檬露黄。

在 500°C 以下所形成的黄丹，带红相，会逐渐转深，最后成为稳定的红褐色黄丹。这个过程进行得很快，尤其在阳光接触之下，速度更快。一般储藏二三个月后，色泽已经变得很深。但由黄色斜方晶形一氧化铅转变为红色正方晶形的过程，却进行很慢，且形成黄色。温度愈高，则转变过程进行亦愈慢。根据文献：黄色一氧化铅在常温下可以无限长时间地存在着。

黄色一氧化鉛如加以研磨，則立刻会变为紅色。

二、改进措施

我厂生产黄丹系用土法制造，爐中温度甚高，估計在 $1,000^{\circ}\text{C}$ 左右。所形成之黄丹，已成熔融液体流出爐外，盛于一个个的鉄碗中，逐渐冷却之，再进行粉碎。根据原理結合我厂情况，有二种方法可得淡黄色一氧化鉛，一为驟冷法，一为焙燒法。

1. 驟冷法：自爐中流出之黄丹，勿使緩慢冷却，而直接流入冷水中，則可得粒狀的淡黄色黄丹。但由于土法生产，流出黄丹液体中，有时帶有鉛液，鉛液一經驟冷，爆烈成細小粒子，使分离困难，影响黄丹質量，因此本法未加采用。

2. 焙燒法：將已制成的帶紅相黄丹，經過第一道粉碎后，把粉末鋪在蒙浮爐中，在 $600\sim 650^{\circ}\text{C}$ 之間焙燒半小时左右。在焙燒中黄丹先变成深紅色，自爐中取出冷却后，即变成鮮艳的淺黄色。再經一次粉碎，顏色漸漸变深，即告完成。

在焙燒过程中应注意下列各点：

1. 温度不宜过高。因蒙浮爐爐膛系鉄制，如温度过高，不仅爐膛易于破坏，且黄丹亦会被还原。如爐膛改用耐火磚，則在高温时矽酸鹽生成，且有磚屑剥落，使黄丹中杂质含量增加。

2. 黄丹粉末須均匀鋪在爐中，不宜过厚，最多 $2\sim 3$ 吋。且須时常翻动，使受热均匀。

3. 温度高，轉变过程較快，但为防止爐子损坏及黄丹还原起見，則以低些为宜。

4. 掌握色泽方法：从爐中以小鉄錘挑取少許粉末，放在爐外冷却，冷却后色泽与标准相同，則焙燒已告完成即可出爐。

三、結 語

1. 驟冷法制造淡黄色一氧化鉛，若能采用則手續較焙燒法簡單，且可省却粗碎工序。根据有經驗工人操作，黃丹自爐中流出时，勿使其有鉛液，是能够控制的。故驟冷法仍有采用的可能。

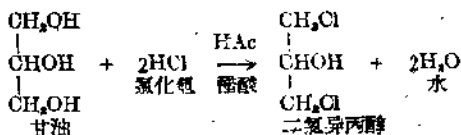
2. 黃丹的一氧化鉛与甘油調和时（制粘結剂），干燥速度要比紅色的快。

華藍顏料厂

改进二氯异丙醇质量 提高环氧氯丙烷得量

一. 存在问题

我厂生产二氯异丙醇的方法，是在甘油中通氯化氢，用冰醋酸做触媒，它的主要反应是：



我们在1958年制造二氯异丙醇的时候，由于经验不足，二氯异丙醇质量不够好。转化为环氧氯丙烷时，得率仅为中和后粗二氯异丙醇的20%。经过工人在半年来实践中所得经验及技术人员的理论根据，我们发现制造二氯异丙醇时存在着下列问题：

1. 温度虽然升到120°C左右，但反应器上装有一只迴流冷凝管，因此在反应过程中所产生的水没有去掉，留在甘油里面吸收氯化氢转化为盐酸，既浪费氯化氢，又阻碍了反应的进展。

2. 醋酸一次加入，在反应时随着水蒸汽蒸发，在后阶段醋酸不但受到稀释，并且数量逐渐减少。

3. 出料前检验标准不符合实际。我们在检验时，是以10毫升粗二氯异丙醇加3毫升水，再加纯碱中和，到水层分出，油状物有7毫升即可。实际上那时成品成分不足，还留