

ICS 71.080.99  
CCS G 17

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T ××××—××××

### 工业用四丁基锡

Tetrabutyl tin for industrial use

(报批稿)

20XX-XX-XX发布

20XX-XX-XX实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会有机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC2）归口。

本文件起草单位：云南锡业股份有限公司、云南锡业锡化工材料有限责任公司、云南锡业矿业检测中心有限公司、江苏南通艾德旺化工有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院。

本文件主要起草人：普丽、苏爱萍、丁锡波、唐跃兵、黄迎红、汤粉兰、冯勇、蒋学泉、宁泓芸、罗发忠、解瑞松、何茜、杨学强、梅四红。

# 工业用四丁基锡

警示——本文件并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并应符合国家有关法规的规定。

## 1 范围

本文件规定了工业用四丁基锡的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于以金属镁、氯丁烷、四氯化锡等为主要原料通过格氏法生产的工业用四丁基锡。

分子式： $(C_4H_9)_4Sn$

结构式： $(CH_3CH_2CH_2CH_2)_4Sn$

相对分子质量：347.16（按2018年国际相对原子质量）

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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/T 190 危险货物包装标志

GB/T 191 包装储运图示标志

GB/T 601—2016 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则

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 9722 化学试剂 气相色谱法通则

GB/T 23274.1—2009 二氧化锡化学分析方法 二氧化锡量的测定 碘酸钾滴定法

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 要求

- 4.1 外观：无色或浅黄色透明液体，无肉眼可见机械杂质。
- 4.2 工业用四丁基锡应符合表1规定的技术要求。

表1 技术要求

项 目	指 标
四丁基锡 (TBT), w / %	≥80.0
三丁基氯化锡 (TBTC), w / %	≤20.0
二丁基二氯化锡 (DBTD), w / %	≤0.5
低沸点物质 <sup>a</sup> , w / %	≤1.0
锡 (Sn), w / %	33.5~35.0
氯 (Cl), w / %	≤2.2
<sup>a</sup> 低沸点物质是指保留时间小于四丁基锡的所有物质的总和。	

## 5 试验方法

警示——试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况，操作者应采取适当的安全和防护措施。

### 5.1 一般规定

本文件所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB / T 6682 中规定的三级水。

### 5.2 外观的测定

取适量实验室样品于无色透明比色管中，在自然光或日光灯下目视观察。

### 5.3 四丁基锡、三丁基氯化锡、二丁基二氯化锡和低沸点物质含量的测定

#### 5.3.1 方法提要

用气相色谱法，在选定的工作条件下，样品在汽化室汽化后通过填充色谱柱，使样品中的各组分得到分离，用热导检测器检测，采用面积归一法定量。

#### 5.3.2 试剂

5.3.2.1 二甲基二氯硅烷：色谱纯。

5.3.2.2 六甲基二硅氧烷：色谱纯。

5.3.2.3 氦气：体积分数不小于 99.99%。

#### 5.3.3 仪器

5.3.3.1 气相色谱仪：配有热导检测器，整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 中的有关规定。

5.3.3.2 记录系统：色谱工作站。

5.3.3.3 微量进样器：1 $\mu$ L，25 $\mu$ L。

#### 5.3.4 色谱柱及色谱操作条件

推荐的色谱柱和典型色谱操作条件见表2，典型色谱图和各组分的保留时间见附录A。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件均可使用。

表2 推荐的色谱柱和典型色谱操作条件

固定相	20%新戊二醇丁二酸酯/铬母沙伯 WAW DMCS (60目~80目)
色谱柱 (柱长 $\times$ 内径)	玻璃填充柱 (1.83m $\times$ 2.50mm)
柱温/ $^{\circ}$ C	180
汽化室温度/ $^{\circ}$ C	240
检测器温度/ $^{\circ}$ C	300
载气 (氦气) 流量/ (mL/min)	30
桥流/mA	+80
进样量/ $\mu$ L	0.3

#### 5.3.5 分析步骤

##### 5.3.5.1 老化

对新的色谱柱采用程序升温 (起始温度 40 $^{\circ}$ C，保持 10min，以 10 $^{\circ}$ C/min 的速率升至 180 $^{\circ}$ C，保持 60min，再以 10 $^{\circ}$ C/min 的速率升至 200 $^{\circ}$ C，保持 120min) 老化 24h。

##### 5.3.5.2 测定

按表2所列色谱操作条件测试仪器，基线稳定后。等待 30 min。用 1.0 $\mu$ L 微量进样器取 0.3 $\mu$ L 样品直接注入气相色谱仪。待所有峰出完时，用色谱工作站处理计算结果。

注：每天首次进行测定时，用 25 $\mu$ L 的微量进样器每次移取 10 $\mu$ L 二甲基二氯硅烷注入色谱柱，共注入 5 次，再每次移取 10 $\mu$ L 六甲基二硅氧烷注入色谱柱，共注入 5 次，对色谱柱进行预处理。

#### 5.3.6 结果计算

各组分的含量以质量分数  $w_i$  计，数值以%表示，按式 (1) 计算：

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$A_i$  —— 样品的测定中各组分 i 对应的峰面积；

$\sum A_i$  —— 各组分峰面积的总和。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果，四丁基锡两次平行测定结果的绝对差值不大于 1.0%，三丁基氯化锡两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.5%，二丁基二氯化锡两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.1%，低沸点物质的质量分数为 0.5%~1.0%时，两次平行测定结果的绝对差值不大于

0.2%，低沸点物质的质量分数小于 0.5%时，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.1%。

#### 5.4 锡含量的测定

##### 5.4.1 碘酸钾滴定法（方法一，仲裁法）

称取 0.15g 试样（精确至 0.0001g），置于 300mL 锥形瓶中，加 10mL 浓硫酸，15mL 浓硝酸，2mL 高氯酸，在高温电炉上碳化 30min，溶液变得无色透明，取下，冷至室温，然后按 GB/T 23274.1—2009 中 5.3.3~5.3.6 进行测定。

锡以质量分数  $w_{Sn}$  计，数值以%表示，按式（2）计算：

$$w_{Sn} = \frac{C \times ((V_1 - V_0) \times 59.355 \times 10^{-3})}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$c$  ——碘酸钾标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

$V_1$  —— 测定时，滴定试样溶液所消耗的碘酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

$V_0$  —— 测定时，滴定空白试液所消耗的碘酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

$m$  ——试样的质量，单位为克(g)；

59.355 ——锡(1/2Sn)的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果，锡两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

##### 5.4.2 GC 算法（方法二）

根据气相色谱图上得到的四丁基锡，三丁基氯化锡，二丁基二氯化锡的含量，锡以质量分数  $w_{Sn}$  计，数值以%表示，按式（3）计算：

$$w_{Sn} = w_{TBT} \times 0.3419 + w_{TBTC} \times 0.3650 + w_{DBTD} \times 0.3907 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$w_{TBT}$  ——四丁基锡的质量分数，%；

0.3419 ——锡的原子量除以四丁基锡分子量所得的比值。

$w_{TBTC}$  ——三丁基氯化锡的质量分数，%；

0.3650 ——锡的原子量除以三丁基氯化锡分子量所得的比值。

0.3907 ——锡的原子量除以二丁基二氯化锡分子量所得的比值。

$w_{DBTD}$  ——二丁基二氯化锡的质量分数，%。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果，锡两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

#### 5.5 氯含量的测定

##### 5.5.1 自动电位滴定法（方法一，仲裁法）

###### 5.5.1.1 方法提要

试样经无水乙醇溶解，其中的有机氯转化为游离氯，用硝酸银标准溶液进行电位滴定，当电位值达到最大值时，读取相应的体积作为终点。

###### 5.5.1.2 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和一级水。

5.5.1.2.1 硝酸银。

5.5.1.2.2 氯化钠(基准)。

5.5.1.2.3 无水乙醇。

5.5.1.2.4 硝酸银标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3) = 0.04 \text{ mol/L}$ 。

称取7.00g硝酸银，称取0.05g基准试剂氯化钠，按GB/T 601—2016中4.21规定进行配制和标定。

5.5.1.3 仪器

自动电位滴定仪；配有复合银环电极（6.0450.100）；磁力搅拌器。

5.5.1.4 分析步骤

称取1.0g试样（精确至0.0001g）置于100mL烧杯中，随同试样做空白试验。加入40mL无水乙醇，溶解完全后在烧杯中放入电磁搅拌棒，置于磁力搅拌器上搅拌30s~60s，使溶液混合完全。停止搅拌，在选定的最佳仪器参数下用自动电位滴定仪进行滴定至终点。

5.5.1.5 结果计算

氯以质量分数 $w_{\text{Cl-}}$ 计，数值以%表示，按式（4）计算：

$$w_{\text{Cl-}} = \frac{C \times (V - V_0) \times 35.45 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$C$  ——硝酸银标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

$V$  ——滴定时，滴定试样所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$V_0$  ——滴定时，滴定空白试验所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

35.45 ——氯的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

$m$  ——试样的质量，单位为克（g）。

计算结果表示至小数点后两位；若氯含量小于0.10%，表示至小数点后三位。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果，氯两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

5.5.2 GC 算法（方法二）

根据气相色谱图上得到的三丁基氯化锡，二丁基二氯化锡的含量，氯以质量分数 $w_{\text{Cl-}}$ 计，数值以%表示，按式（5）计算：

$$w_{\text{Cl-}} = w_{\text{TBTC}} \times 0.1090 + w_{\text{DBTD}} \times 0.2334 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

$w_{\text{TBTC}}$  ——三丁基氯化锡的质量分数，%；

$w_{\text{DBTD}}$  ——二丁基二氯化锡的质量分数，%。

0.1090 ——氯的原子量除以三丁基氯化锡分子量所得的比值。

0.2334 ——氯的原子量的两倍除以二丁基二氯化锡分子量所得的比值。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果，氯两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

## 6 检验规则

6.1 本文件第 4 章规定的所有项目为出厂检验项目。

6.2 产品应逐批检验。在原材料和工艺不变的条件下，同等质量的均匀产品为一批，每批产品的质量不大于 10 吨。

6.3 采样按 GB/T 3723、GB/T 6678 和 GB/T 6680 规定的采样技术确定采样单元数，样品总量不小于 600mL。将所取样品充分混匀后，将样品分装于两个清洁、干燥的玻璃容器中密封并粘贴标签，注明产品名称、批号、生产厂名、采样日期和采样者姓名。一份供检验用，另一份留存，以备查验。

6.4 检验结果的判定按照 GB/T 8170 中规定的修约值比较法进行。检验结果如有指标不符合本文件要求，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求，则整批产品为不合格。

## 7 标志、包装、运输和贮存

### 7.1 标志

7.1.1 工业用四丁基锡包装容器上应有牢固、清晰的标志，内容包括生产厂名称、厂址、商标、联系电话、产品名称、净含量、批号或生产日期、保质期、本文件编号、GB/T 190 中规定的“有毒品”标志及 GB/T 191 规定的禁止翻滚、怕雨、怕晒图示标志。

注：本产品相关的安全信息参见附录 B。

7.1.2 每批出厂的四丁基锡都应附有一定格式的质量证明书，内容包括：生产厂名称、商标、地址、电话、传真；产品名称、净重和件数；分析检验结果和检验人员编号；批号或生产日期和本文件编号。

### 7.2 包装

工业用四丁基锡产品用聚丙烯闭口桶包装，净含量 200kg/桶。需方对产品包装有特殊要求时，由供需双方商定。

### 7.3 运输

工业用四丁基锡在运输过程中应按有关规定以专用运输车辆（公路、铁路）运输，装卸搬运要轻拿轻放，严禁碰摔，防潮湿，防日晒，远离火源。

### 7.4 贮存

工业用四丁基锡应贮存于阴凉干燥处，用后立即密封。在符合本文件包装、运输、贮存条件下，自生产日期起保质期 12 个月。

## 附录 A

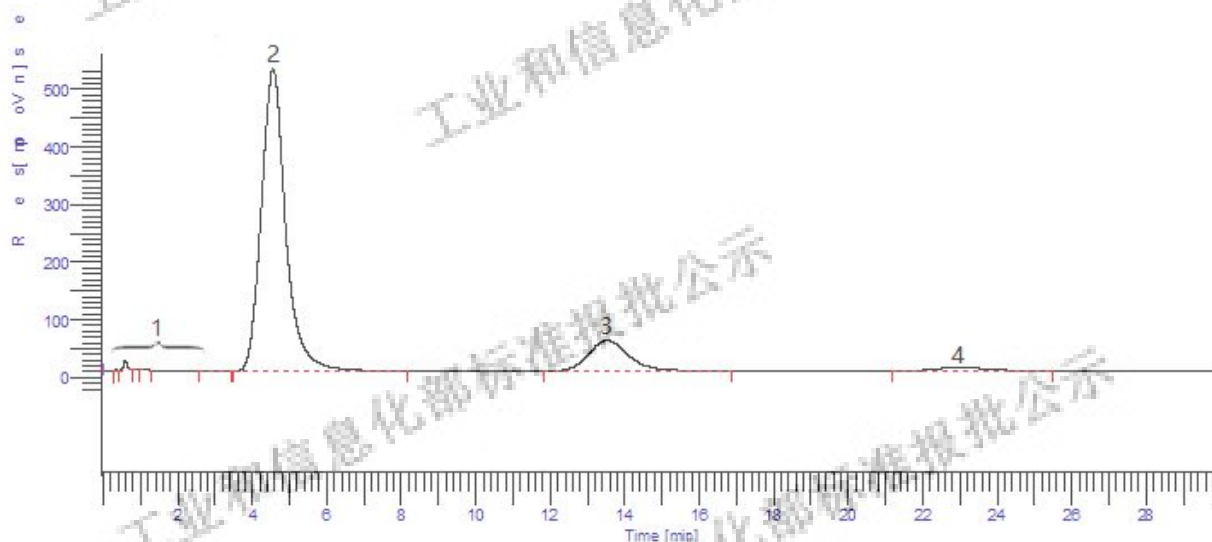
（规范性）



## 四丁基锡各组分含量测定的典型色谱图和各组分保留时间

## A.1 四丁基锡各组分含量测定的典型色谱图

四丁基锡各组分含量测定的典型色谱图见图A.1。



标引序号说明：

- 1 —— 低沸点物；
- 2 —— 四丁基锡；
- 3 —— 三丁基氯化锡；
- 4 —— 二丁基二氯化锡。

图A.1 四丁基锡各组分含量测定的典型色谱图

## A.2 各组分保留时间

四丁基锡各组分的保留时间见表A.1。

表A.1 四丁基锡各组分保留时间

峰序号	组分名称	保留时间/min
1	低沸点物	小于4.561
2	四丁基锡	4.561
3	三丁基氯化锡	13.527
4	二丁基二氯化锡	22.991

## 附录 B

(资料性)

## 安 全

## B.1 安全提示

工业用四丁基锡闪点是117℃，遇明火、高热可燃，有毒，具刺激性，致敏性，对环境有危害。与氧化剂可发生反应。受高热分解放出有毒的气体。工作时，应密闭操作，局部排风。避免与皮肤接触，必须佩戴自吸过滤式防毒全面具，穿防酸工作服，带橡胶手套。

## B.2 急救措施

B.2.1 吸入：迅速脱离现场至空气新鲜处。保持呼吸道通畅。如呼吸困难，给输氧。如呼吸、心跳停止，立即进行心肺复苏术，就医。

B.2.2 皮肤接触：脱去污染的衣着，用酒精擦洗多次，用流动清水冲洗至少15分钟，再涂上烧伤止痛膏。如有不适感，就医。

B.2.3 眼睛接触：提起眼睑，用流动清水或生理盐水冲洗至少15分钟。如有不适感，就医。

食入：饮足量温水，催吐。就医。

## B.3 灭火方法

消防人员须佩戴防毒面具、穿全身消防服，在上风向灭火。尽可能将容器从火场移至空旷处。喷水保持火场容器冷却，直至灭火结束。处在火场中的容器若已变色或从安全泄压装置中产生声音，必须马上撤离。

## B.4 泄漏应急处理

B.4.1 作业人员防护措施、防护装备和应急处置程序：建议应急处理人员戴自给式呼吸器，穿防毒服。不要直接接触泄漏物。尽可能切断泄漏源。根据液体流动和蒸汽扩散的影响区域划定警戒区，无关人员从侧风、上风向撤离至安全区。切断火源。防止泄漏物进入水体、下水道、地下室或密闭性空间。

B.4.2 环境保护措施：收容泄漏物，避免污染环境。防止泄漏物进入下水道、地表水和地下水。

B.4.3 泄漏化学品的收容、清除方法及所使用的处置材料：小量泄漏：用砂土、蛭石或其它惰性材料吸收。大量泄漏：构筑围堤或挖坑收容。用泵转移至槽车或专用收集器内，回收或运至废物处理场所处置。