

ICS 71.100.99

CCS G 75

备案号:

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

聚酯树脂生产用催化剂 单丁基氧化锡

Catalyst for the production of polyester resin—Monobutyltin oxide

(报批稿)

(本稿完成日期: 2021.10)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—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化工催化剂分技术委员会（SAC/TC63/SC10）归口。

本文件起草单位：云南锡业锡化工材料有限责任公司、江苏鑫露化工新材料有限公司、广州亦盛环保科技有限公司、中石化南京化工研究院有限公司、南通艾德旺化工有限公司、东莞市惟思德科技发展有限公司。

本文件主要起草人：韩洪立、郑建、包亚群、冯勇、曾飞、艾维华、周德龙、章文福、汪莹、黄新平、台明胜。

聚酯树脂生产用催化剂 单丁基氧化锡

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。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，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了聚酯树脂生产用单丁基氧化锡催化剂的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及产品随行文件。

本文件适用于以单丁基三氯化锡（质量分数大于 99%）和液碱为原料生产聚酯树脂用单丁基氧化锡，其他工艺生产的单丁基氧化锡也可参照使用。

单丁基氧化锡：

分子式： $C_4H_{10}O_2Sn$

相对分子质量：208.8（UIPAC2016）

CAS号：2273-43-0

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 191 包装储运图示标志

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 6678 化工产品采样总则

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 一般规定

本文件中所用的试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和按GB/T 6682规定的二级水。试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按GB/T 601和GB/T 603的规定制备。

5 要求

聚酯树脂生产用单丁基氧化锡催化剂的技术要求应符合表1的规定。

表1 聚酯树脂生产用单丁基氧化锡催化剂的技术要求

项 目	指 标
外观	白色或微黄色粉末
锡(Sn)质量分数/%	55.5~57.5
氯(Cl)质量分数/%	≤ 1.0
水分(H ₂ O)质量分数/%	≤ 1.0

6 试验方法

6.1 外观

目视法测定。

6.2 锡(Sn)质量分数的测定

6.2.1 原理

浓硫酸和过氧化氢将有机锡转化为无机锡，酸性条件下用铝片把锡由 Sn⁴⁺还原成 Sn²⁺，以淀粉为指示剂，用碘标准滴定溶液滴定至浅蓝色为终点，根据所耗标准滴定溶液的用量计算出单丁基氧化锡中锡的质量分数。

6.2.2 试剂或材料

6.2.2.1 铝片：大于 99.5%。

6.2.2.2 硫酸。

6.2.2.3 盐酸。

6.2.2.4 过氧化氢。

6.2.2.5 碳酸氢钠饱和溶液：用煮沸 5min 后冷却的蒸馏水配制。

6.2.2.6 碘标准滴定溶液： $c(1/2I_2) = 0.1\text{mol/L}$ 。

6.2.2.7 碘标准滴定溶液： $c(1/2I_2) = 0.05\text{mol/L}$ 。量取 50.00mL 碘标准滴定溶液（见 6.2.2.6），置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.2.2.8 淀粉指示液：10g/L。

6.2.3 试验步骤

称取 0.1g~0.15g 样品（精确至 0.0001g）于干燥的 100mL 凯氏烧瓶中，加入 8mL 硫酸，在电炉上加热 30min~40min 至内容物不挂壁，稍冷后加入 5mL 过氧化氢，再加热至过氧化氢全部分解，溶液呈无色透明状。用约 150mL 蒸馏水将样品移至 500mL 三角瓶中，加入 50mL 盐酸和 1.5g 铝片，迅速在电炉上加热至铝片完全溶解，取下三角瓶，立即用盛有碳酸氢钠饱和溶液的盖氏漏斗塞住，用冷水冷却至室温，在冷却过程中将漏斗中的碳酸氢钠溶液缓慢放入三角瓶中，加入 5mL 淀粉指示液，用碘标准滴定溶液（见 6.2.2.7）滴定至浅蓝色。

6.2.4 试验数据处理

锡(Sn)质量分数 ω_1 ，按公式（1）计算：

$$\omega_1 = \frac{V_1 c_1 M_1}{1000 m_1 r} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

V_1 ——滴定时消耗的碘标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c_1 ——碘标准滴定溶液浓度的数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M_1 ——锡摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=118.7$ ）；

m_1 ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

r ——摩尔比（ $r=2$ ）。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.25%。

6.3 氯(Cl)质量分数的测定

6.3.1 原理

银离子和氯离子反应生成氯化银沉淀，加入铬酸钾指示剂，溶液颜色由淡黄色变棕褐色，根据消耗硝酸银的体积数从而得出氯离子的质量分数。

6.3.2 试剂或材料

6.3.2.1 无水乙醇。

6.3.2.2 硝酸银标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

6.3.2.3 铬酸钾指示剂： 0.05 g/mL 。称取 5g 铬酸钾，溶于水，稀释至 100mL。

6.3.3 试验步骤

称取 4g 样品，精确至 0.0001g，置于 250 锥形瓶中，加入 30mL~50mL 无水乙醇，放在磁力搅拌器上搅拌 30min，加入 2mL 铬酸钾指示剂，用硝酸银标准滴定溶液滴定至棕褐色。

6.3.4 试验数据处理

氯(Cl)质量分数 ω_2 ，按公式（2）计算：

$$\omega_2 = \frac{V_2 c_2 M_2}{1000 m_2} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

V_2 ——滴定时消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c_2 ——硝酸银标准滴定溶液浓度的数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M_2 ——氯摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=35.45$ ）；

m_2 ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的相对偏差应不大于 8%。

6.4 水分(H₂O)质量分数的测定

6.4.1 原理

将盛有试料的称量瓶置于鼓风恒温干燥箱内，在一定温度下，保持一定的时间，测定试料所失去的质量。

6.4.2 仪器设备

鼓风恒温干燥箱：可控制温度 $105^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 。

6.4.3 试验步骤

称取 $2\text{g} \sim 3\text{g}$ 样品，精确至 0.0001g ，置于预先在 $105^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒量的称量瓶中，将称量瓶盖斜置于称量瓶上，放入鼓风恒温干燥箱内，在 $105^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 下干燥 1.5h ，取出称量瓶，放入干燥器中，盖好称量瓶盖，冷却 30min 后称重。

6.4.4 试验数据处理

水分(H_2O)质量分数 ω_3 ，按公式(3)计算：

$$\omega_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad (3)$$

式中：

m_1 ——干燥前试料与称量瓶的质量的数值，单位为克(g)；

m_2 ——干燥后试料与称量瓶的质量的数值，单位为克(g)；

m ——试料质量的数值，单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.09% 。

7 检验规则

7.1 出厂检验

表1中所有项目均为出厂检验项目。

7.2 组批规则

产品按检验批检验，每个检验批量不超过 10t 。一个检验批应由相同的原料、工艺、设备等条件下制造出来的同一规格的产品组成。

7.3 抽样方案

产品按GB/T 6678的规定确定抽样单元数。从随机选定的每个抽样单元中抽出不少于 100mL 样品，每批产品抽样总量约 3L 的样品，充分混合均匀，以四分法分为试验样和保留样，分别装入两个样品瓶内密封。样品瓶上应贴标签，说明产品名称、型号、批号、批量、采样日期、采样人等。其中保留样至少保留一年，以备查核。

7.4 判定规则

7.4.1 按GB/T 8170规定的“修约值比较法”判定检验结果是否符合本标准。

7.4.2 检验结果全部符合表1的规定时，则判定该批产品合格。

7.5 复检规则

如果检验结果中有不符合表1的规定时，允许按7.3的规定重新抽样进行复检，其中当总包装单元数不超过 22 时，抽样单元数按总包装单元数；当总包装单元数大于 22 时，抽样单元数按GB/T 6678规定相应抽样单元数的两倍。复检结果若仍有指标不符合表1的规定时，则判定该批产品不合格。

8 标志、包装、运输、贮存

8.1 标志

包装上应有清晰、牢固的标志，标明产品名称、型号、商标、净含量及生产企业名称、地址和执行标准号，醒目标明GB/T 191中规定的“怕雨”、“怕晒”、“禁止翻滚”图示标志。

8.2 包装

产品宜用外包牛皮袋内衬高压内膜袋或高压内膜袋纸板桶装，每桶净重25kg。用户对包装规格和包装材质有特殊要求时，由供需双方协商确定。

8.3 运输

产品运输装卸时严禁摔滚和撞击，以免造成破包散包。运输过程注意防潮，运输工具应有防雨、防晒设施，严禁倒置重压。

8.4 贮存

产品应贮存在30℃以下通风、阴凉、干燥的库房内，保质期为1年

9 产品随行文件

产品交付时应提供产品合格证，其内容应包括：

- a) 产品名称、批号、批量；
- b) 执行的产品标准号；
- c) 检验项目及其结果或检验结论；
- d) 生产厂名称；
- e) 出厂日期、检验员签名或盖章。