



Q/JSXSJ

江苏新视界先进功能纤维创新中心有限公司企业标准

Q/JSXSJ 016—2022

企业标准信息公共服务平台
公开
2022年08月18日 11点33分

钛系聚酯催化剂

企业标准信息公共服务平台
公开
2022年08月18日 11点33分

2022—08—18 发布

2022—09—01 实施

江苏新视界先进功能纤维创新中心有限公司 发布



前言

本标准按 GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》进行编写。

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这些专利的责任。

本标准参照上海市企业标准 Q31/0115000349C012-2015《钛系聚酯催化剂》。

本标准中所确定的内容如与强制性标准相悖，应执行强制性标准。

本标准由江苏新视界先进功能纤维创新中心有限公司提出。

本标准起草单位：江苏新视界先进功能纤维创新中心有限公司。

本标准主要起草人：柳疆梅、徐锦龙、韦甜、肖文成、许晓敏、吴妍、李昔澄。

企业标准信息公共服务平台
公开
2022年08月18日 11点33分



钛系聚酯催化剂

1 范围

本标准规定了钛系聚酯催化剂的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输及储存和安全。

本标准适用于由钛等化合物制得的钛系聚酯催化剂。该产品适用于以对苯二甲酸、乙二醇为原料，采用直接酯化连续缩聚或间歇缩聚制备聚对苯二甲酸乙二醇酯的生产工艺。

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/T 190 危险货物包装标志

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 15258 化学品安全标签编写规定

GB/T 3143-1982 液体化学产品颜色测定法(Hazen 单位-铂-钴色号)

GB/T 14190-2017 纤维级聚酯(PET)切片试验方法

GB/T 6283-2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）

3 技术要求

钛系聚酯催化剂质量应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项目	技术指标
色度（铂-钴色号）	≤ 250
钛含量（质量分数）/%	0.50 ± 0.02
乙二醇含量（质量分数）/%	96.0 ± 3.0
水分（质量分数）/% $\leq$	0.3
水稳定性（ $20^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，24 h）	合格
乙二醇互溶性（ $20^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，24 h）	合格
相对密度 D_{20} $\leq$	0.005



4 试验方法

4.1 颜色

按 GB/T 3143-1982 液体化学产品颜色测定法（Hazen 单位-铂-钴色号）规定进行测定。

4.2 钛含量的测定

4.2.1 方法提要

在硫酸介质中，试样中的钛（IV）与过氧化氢反应，生成黄色的络合物，用分光光度计在 400 nm 波长下，测其吸光度，据此算出钛含量。

4.2.2 仪器

分光光度计：精度 ± 0.001 A，配置 1 cm 玻璃比色皿。

电子天平：最小分度值 0.0001 g。

电炉：1 kW。

容量瓶：50 mL 100 mL 250 mL 500 mL。

刻度移液管：1 mL 2 mL 5 mL 10 mL 25 mL 50 mL。

烧杯：100 mL 500 mL 2000 mL。

试剂瓶：250 mL 1000 mL。

锥形瓶：100 mL。

4.2.3 试剂及溶液配制

硫酸：分析纯。

硫酸铵：分析纯。

30%过氧化氢：分析纯。

二氧化钛：分析纯（纯度 99.9%）。

2.5%硫酸溶液：取 25 mL 浓硫酸加无离子水到 1 L。

3%过氧化氢溶液：取 50 mL 浓度为 30%的分析纯过氧化氢加入到 500 mL 容量瓶中，用无离子水定容，配成 3%的过氧化氢溶液。

分解液：将 140 mL 浓硫酸加到 500 mL 烧杯中，置于电炉上加热至沸，立即缓慢分批加入 80 g 硫酸铵，加热溶解，然后自然冷却到室温，装入 250 mL 试剂瓶中。

钛标准液（0.5 mg/mL）：精确称取 0.4175 g 二氧化钛（相当于 250 mg 钛）加入 100 mL 磨口锥形瓶中，加入 30~40 mL 分解液，加热溶解，自然冷却后，用无离子水稀释，将此溶液移到 500 mL 容量瓶中，添加 250 mL 2.5%硫酸，用无离子水调至标线，摇匀。

除另有注明外，所用试剂均为分析纯，水均符合 GB/T 6682 规定的三级水的规格。

4.2.4 波长校正及工作曲线的绘制

4.2.4.1 用刻度移液管分别准确移取钛标准液（0.5 mg/mL）1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 注入 5 只 50 mL 容量瓶中。

4.2.4.2 在上述容量瓶中，分别添加 3%过氧化氢溶液 2 mL，用 2.5%硫酸添加到标线，摇匀。

4.2.4.3 选择 4.2.4.1 中之一溶液，以 2.5%硫酸为空白，用 1 cm 比色池在分光光度计上进行波长扫描，找到最佳波长（一般在 398~420 nm，不同仪器可能会存在差别，可通过波长扫描确定），并以此作为制作标准曲线和测试样品的波长。

4.2.4.4 在分光光度计上，以 4.2.4.3 选定的最佳波长为工作波长，以 2.5%硫酸为空白，用 1 cm 比色池测定

4.2.4.1 各瓶中溶液的吸光度。

4.2.4.5 根据测定的吸光值及对应的钛含量绘制工作曲线。

4.2.5 样品测定

4.2.5.1 准确称取试样 m 克（精确至 0.0001 g，当钛含量 0.4%时，称量 6.0 g；钛含量 4%时，称量 0.6 g）于 100 mL 磨口锥形瓶中，加 3~5 mL 浓硫酸或分解液溶解，加无离子水稀释后，移入 50 mL 容量瓶中，添加 25 mL 2.5%硫酸，冷却后，用无离子水调至标线，摇匀。

4.2.5.2 取上述溶液 3 mL 加入到 50 mL 容量瓶中，添加 3%过氧化氢溶液 2 mL，用 2.5%硫酸稀释到标线，摇匀。

4.2.5.3 用 1 cm 比色皿，在最佳波长处测其吸光度，并根据吸光度求出钛浓度 C（ug/mL）。

4.2.5.4 按下式计算试样中所含钛的含量，以质量百分数（Wt%）计：

$$\text{Ti (Wt\%)} = \frac{C \times 50 \times 10^{-6} \times \frac{50}{3}}{m} \times 100\% = \frac{0.25C}{3m}\%$$

其中：

Ti — 样品中的 Ti 含量表示；

C — 工作曲线上查得的单位钛含量，ug/mL；

m — 试样的质量，g。

4.2.6 分析结果的表述

取两次重复测定结果的算术平均值表示其结果，按 GB/T 8170 规定进行修约，精确至 0.01%。

4.2.7 允许差

两次测定结果的相对误差小于 2%。

4.3 乙二醇含量的测定



4.3.1 方法提要

试样通过微量注射器注入，并被载气带入色谱柱，使各组分得到分离，用氢火焰离子化检测器检测。采用内标法计算乙二醇的含量。

4.3.2 材料及试剂

载气：高纯氮气或氦气，纯度大于 99.999%。

氢气，纯度大于 99.99%。

空气，经硅胶及分子筛干燥、净化。

乙二醇标样：纯度 $\geq 99\%$ （质量百分比）。

内标物：1,4-丁二醇标样，或其他合适的化合物，纯度 $\geq 99\%$ （质量百分比）。

无水乙醇：分析纯，用作稀释溶剂。

4.3.3 仪器

4.3.3.1 气相色谱仪

配置氢火焰离子化检测器的任何色谱仪，能按表 2 推荐的色谱条件进行操作。

4.3.3.2 色谱柱

推荐的色谱柱及典型操作条件见表 2，能给出同等分离和定量效果的其它色谱柱和分析条件也可使用。

4.3.3.3 记录仪：推荐使用电子积分仪。

4.3.3.4 进样系统：微量注射器 1 μL ，推荐采用自动进样器。

4.3.3.5 固定液：聚乙二醇-20 M。

4.3.4 取样

按 GB 6680-86 的规定进行。

4.3.5 操作步骤

4.3.5.1 仪器调整

色谱仪启动后进行必要的调节，以达到表 2 所示的典型操作条件或能获得同等分离的其他适宜条件。当色谱仪达到设定的操作条件并稳定后，即可进行试样的测定。

表 2 推荐的色谱柱及典型操作条件

柱型	填充柱	毛细管柱
柱管材质	玻璃，不锈钢或铜	熔融石英
固定液	聚乙二醇-20 M	
固定液含量/%	10	—

液膜厚度/ μm	—	0.25~1.0
载 体	Chromosorb W AW—DMCS	—
粒 径/mm	0.149~0.177 (80~100 目)	
柱 长/m	1.2	30~60
内 径/mm	2	0.32
柱 温/ $^{\circ}\text{C}$	170	180
汽化室温度/ $^{\circ}\text{C}$	290	
检测器温度/ $^{\circ}\text{C}$	260	
载气流速/mL/min	30(N_2)	—
载气线速/cm/s	—	18.0(N_2)
分流比		130:1
进样量/ μL	1	

4.3.5.2 标样配制

分别取 0.4、0.5、0.6、0.7、0.8 g 乙二醇，置于洁净、干燥并已称量过的 25 mL 容量瓶中，再分别加入 0.6、0.5、0.4、0.3、0.2 g 纯水，然后在其中分别加入 1,4-丁二醇 0.5 g，使用万分之一天平称量，然后使用移液管加入 10 mL 无水乙醇，摇匀备用。

4.3.5.3 校正因子的测定

在表 2 所推荐的色谱条件下，分别注入 1 μL 配制的标样，并测得各色谱峰的峰面积（重复测定两次）并按式（A1）计算相对质量校正因子 F_i ：

$$F_i = \frac{f_i}{f_s} = \frac{M_i \cdot A_s}{M_s \cdot A_i} \dots\dots\dots (\text{A1})$$

其中：

M_i 、 M_s 分别为乙二醇和内标物的质量， A_i 、 A_s 分别为乙二醇和内标物的峰面积。

分别以 $M_i \cdot A_s$ 的乘积作为纵坐标、 $M_s \cdot A_i$ 的乘积作为横坐标得到曲线，根据曲线或者通过最小二乘法得到斜率 F ，即为校正因子。

4.3.6 试样测定

取 1.0g 试样置于洁净、干燥并已称量过的 25 mL 容量瓶中，再加入 1,4-丁二醇 0.5 g，用万分之一天平称量，以差减法求得试样质量，然后加入 10 mL 无水乙醇，充分摇匀后，抽取 1 μL 该试样注入色谱柱，记录并测得各色谱峰的峰面积后，即可按式（A2）计算乙二醇的含量。



$$w\% = \frac{W_i}{M} \times 100\% = \frac{F \cdot A_i \cdot M_s}{A_s \cdot M} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A2)$$

其中:

w — 试样中乙二醇的质量百分含量;

M — 试样的质量, g;

M_s — 加入内标物质的质量, g;

A_i — 乙二醇的峰面积;

A_s — 内标物质的峰面积;

F — 乙二醇相对质量校正因子。

4.3.7 结果的表示

以两次重复测定的算术平均值作为其分析结果,以质量百分浓度为单位,并应到 0.01%。

4.4 水分含量的测定

按照“GB/T 6283-2008 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法(通用方法)”测定。

4.5 水稳定性的测定

4.5.1 方法提要

将试样与水混合后,在常温下放置 24 小时后,目视检查试液是否为均质液体。

4.5.2 仪器:

具塞比色管:容量 100 mL,在 50 mL 和 100 mL 容量处有环状刻线。

4.5.3 分析步骤

4.5.3.1 在 100 mL 具塞比色管中加入试样至 50 mL 刻线,再加入无离子水(比电阻大于 5 欧姆)至 100 mL 刻度线,盖上塞子,用力振荡 2 min,混合均匀。

4.5.3.2 将比色管在常温下放置 24 h,目视检查试液。

4.5.4 分析结果的表示

报告:合格试液的外观应当均匀透明、无分层、混浊和沉淀现象,否则为不合格。

4.6 乙二醇互溶性的测定

4.6.1 方法提要

将等体积的试样与乙二醇混合后,在常温下放置 1 小时后,目视检查试液是否为均质液体。

4.6.2 试剂

乙二醇:工业级,纯度不低于 99% (质量分数)。

4.6.3 仪器



具塞比色管：容量 100 mL，在 50 mL 和 100 mL 容积处有环状刻线。

4.6.4 分析步骤

4.6.4.1 在 100 mL 具塞比色管中加入试样至 50 mL 刻线，再加入乙二醇至 100 mL 刻线，盖上塞子，用力振荡 2 min，混合均匀。

4.6.4.2 将比色管在常温下放置 24 h，目视检查试液。

4.6.5 分析结果的表示

报告：合格试液的外观应当均匀透明、无分层、混浊和沉淀现象，否则为不合格。

4.7 粘度的测定

按 GB/T 14190-2017 纤维级聚酯（PET）切片试验方法第 5 章规定进行测定。

5 检验规则

5.1 检验分类

本标准表 1 中规定的所有项目均为出厂检验项目。

5.2 组批规则

生产厂按批检验产品，同等质量为一批。

5.3 取样方式

按 GB/T 6678、GB/T 6680 规定的技术要求进行取样。取样量应不少于 1 L。

将样品分装于两个经过干燥的取样瓶中，密封并粘贴标签，注明：生产厂名称、产品名称、牌号、批号或生产日期、采样日期和采样者姓名等内容。一瓶供检验，另一瓶保存备查。留样保存期为 2 年。

5.4 判定规则

产品由质量检验部门按照第 4 章规定的方法进行检验，检验结果的判定按 GB/T 8170-2008 中规定的全数值比较法进行。生产厂应保证所有的出产品均符合本标准的要求。

5.5 复验规则

如果检验结果不符合本标准要求时，应按 GB/T 6678、GB/T 6680 的规定重新抽取双倍量样品进行复验，如复验结果仍有指标不符合本标准要求，则判定该批产品为不合格。

5.6 质量证明

每批出厂产品都应附有质量证明书，其内容包括生产厂名称、产品名称、牌号、批号或生产日期和本标准编号等。

5.7 质量验收

使用单位有权按照本标准的规定对所收到的产品进行验收，验收期限由供需双方商定。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志



产品在包装上应有明显、牢固的标志，内容包括：产品名称、生产厂名称、批号或生产日期、净重、本标准编号、保质期和符合 GB/T 190 规定的标志。安全标签符合 GB 15258。供方应提供产品安全技术说明书 MSDS。

6.2 包装

产品用塑料桶包装或内衬塑料膜的铁桶包装，桶盖加密封圈，每桶净含量 25 kg。或按客户要求进行包装。

6.3 运输

产品在运输过程中，应轻装轻卸，避免暴晒。

6.4 贮存

产品应贮存于干燥、通风的仓库内。催化剂使用后应及时盖上密封盖，以免其中液体挥发，影响催化剂浓度。产品在符合本标准规定的包装、运输和贮存条件下，自生产之日起保质期为 2 年。产品超过保质期应按本标准要求重新检验，检验合格后仍可使用。

7 安全

7.1 本产品为可燃液体。

7.2 操作人员应佩戴合适的防护用具，避免眼睛和皮肤直接接触本产品，避免吸入。

7.3 远离火种、热源。搬运时要轻装轻卸，防止包装破裂。

7.4 着火时，可用干粉、抗溶泡沫和二氧化碳等灭火器材灭火。