



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 017—2022

企业标准信息公共服务平台
公开
2022年08月18日 11点37分

钛系聚酯催化剂分析方法

企业标准信息公共服务平台
公开
2022年08月18日 11点37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。

本标准参照企业标准 Q/330LXHG 001-2019《钛系聚酯催化剂分析方法》。

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37分



钛系聚酯催化剂分析方法

1 范围

本标准规定了用于聚酯合成的钛系催化剂的试验方法和检验规则。

本标准适用于以钛化合物等为原料制备的钛系催化剂的分析测定，该催化剂主要用于催化醇酸酯化及合成高分子缩聚反应。

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。

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）

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法（GB/T 6682-2008，ISO 3696:1987，NEQ）

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 6680-86 液体化工产品采样通则。

3 钛含量的测定

3.1 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。

3.2 仪器

3.2.1 分光光度计：精度 ± 0.001 A，配置1 cm 玻璃比色皿。

3.2.2 电子天平：最小分度值0.0001 g。

3.2.3 电炉：1 kW。

3.2.4 容量瓶：50 mL 100 mL 250 mL 500 mL。

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

3.2.6 烧杯：100 mL 500 mL 2000 mL。

3.2.7 试剂瓶：250 mL 1000 mL。

3.2.8 锥形瓶：100 mL。

3.3 试剂及溶液配制

3.3.1 硫酸：分析纯。

3.3.2 硫酸铵：分析纯。

3.3.3 30%过氧化氢：分析纯。

3.3.4 二氧化钛：分析纯（纯度99.9%）。

3.3.3 2.5%硫酸溶液：取 25 mL 浓硫酸加无离子水到 1 L。

3.3.4 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。

3.3.5 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。

3.3.6 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。

3.3.7 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。

3.4 波长校正及工作曲线的绘制

3.4.1 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。

3.4.2 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。

3.4.3 选择 3.4.1 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。

3.4.4 在分光光度计上，以 3.4.3 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 3.4.1 各瓶中溶液的吸光度。

3.4.5 根据测定的吸光值及对应的钛含量绘制工作曲线。

3.5 样品测定

3.5.1 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。

3.5.2 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。

3.5.3 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）。

3.5.4 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。

3.6 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%。

3.7 允许差

两次测定结果的相对误差小于 2%。

4 乙二醇含量的测定

4.1 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。

4.2 材料及试剂

4.2.1 载气: 高纯氮气或氦气, 纯度大于 99.999%。

4.2.2 氢气, 纯度大于 99.99%。

4.2.3 空气, 经硅胶及分子筛干燥、净化。

4.2.4 乙二醇标样: 纯度 $\geq 99\%$ (质量百分比)。

4.2.5 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)。

4.2.6 无水乙醇: 分析纯, 用作稀释溶剂。

4.3 仪器

4.3.1 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 1 推荐的色谱条件进行操作。

4.3.2 色谱柱

推荐的色谱柱及典型操作条件见表 1, 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 记录仪: 推荐使用电子积分仪。

4.3.4 进样系统: 微量注射器 1 μ L, 推荐采用自动进样器。

4.3.5 固定液: 聚乙二醇-20 M。

4.4 取样

按 GB 6680-86 的规定进行。

4.5 操作步骤

4.5.1 仪器调整

色谱仪启动后进行必要的调节, 以达到表 1 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 1 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	

4.5.2 标样配制

分别取 0.4、0.5、0.6、0.7、0.8 g 乙二醇（4.2.4），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（4.2.5）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（4.2.6），摇匀备用。

4.5.3 校正因子的测定

在表 1 所推荐的色谱条件下，分别注入 1 μL （4.5.2）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 ：

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

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。

4.6 试样测定

取 1.0 g 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（4.2.5）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 μ L 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。

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

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。

4.7 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%。

5 水分含量的测定

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

6 水稳定性的测定

6.1 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。

6.2 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。

6.3 分析步骤

6.3.1 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。

6.3.2 将比色管在常温下放置 24 h，目视检查试液。

6.4 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。

7 乙二醇互溶性测定

7.1 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。

7.2 试剂

乙二醇：工业级，纯度不低于 99%（质量分数）。

7.3 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。

7.4 分析步骤

7.4.1 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。

7.4.2 将比色管在常温下放置 24 h，目视检查试液。

7.5 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。

8 试验报告

试验报告应包括如下内容：

8.1 有关试样的全部资料：批号、日期、时间、采样地点等；

8.2 测定结果；

8.3 试验中观察到的异常现象；

8.4 不包括在本标准中的任何操作及自由选择的操作条件的说明。