

团 体 标 准

T/ACCEM XXXX—2024

聚酯生产用催化剂 三醋酸锑

Catalyst for polyester production - Antimony triacetate

(征求意见稿)

2024 - 0X - XX 发布

2024 - 0X - XX 实施

中国商业企业管理协会 发布

目 次

前 言 II

1 范围 3

2 规范性引用文件 3

3 术语和定义 3

4 技术要求 4

5 生产工艺 5

6 质量要求 6

7 检验方法 7

8 检验规则 7

9 标签 7

10 包装、储存、运输 7

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。

本文件由美轲（广州）新材料股份有限公司提出。

本文件由中国商业企业管理协会归口。

本文件起草单位：美轲（广州）新材料股份有限公司。

本文件主要起草人：

聚酯生产用催化剂 三醋酸锑

1 范围

本文件规定了三醋酸锑的术语和定义、技术要求、生产工艺、质量要求、检验方法、检验规则、标签、包装、储存和运输。

本文件适用于 PET 合成的缩聚催化剂。

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 15258 化学品安全标签编写规定
- GB/T 1816 苯类产品中性试验
- GB/T 2012 芳烃酸洗试验法
- GB/T 2013 液体石油化工产品密度测定法
- GB/T 3049 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1, 10-菲罗啉分光光度法
- GB/T 3143 液体化学产品颜色测定法（Hazen 单位—铂-钴色号）
- GB/T 3144 甲苯中烃类杂质的气相色谱测定法
- GB/T 3209 苯类产品蒸发残留量的测定方法
- GB/T 3253.1 锑及三氧化二锑化学分析方法 砷量的测定 砷钼蓝分光光度法
- GB/T 3253.2 锑及三氧化二锑化学分析方法 铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法
- GB/T 3253.3 锑及三氧化二锑化学分析方法 铅量的测定 火焰原子吸收光谱法
- GB/T 3253.4 锑及三氧化二锑化学分析方法 锑中硫量的测定 燃烧中和法
- GB/T 3253.6 锑及三氧化二锑化学分析方法 硒量的测定 原子荧光光谱法
- GB/T 3253.8 锑及三氧化二锑化学分析方法 三氧化二锑量的测定 碘量法
- GB/T 6324.2 有机化工产品试验方法 第 2 部分：挥发性有机液体水浴上蒸发后干残渣的测定
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 7702.1 煤质颗粒活性炭试验方法 水分的测定
- GB/T 7702.6 煤质颗粒活性炭试验方法 亚甲蓝吸附值的测定
- GB/T 7702.15 煤质颗粒活性炭试验方法 灰分的测定
- GB/T 7702.16 煤质颗粒活性炭试验方法 pH 值的测定
- GB/T 10668 工业乙酸酐
- YS/T 324 三氧化二锑物理检测方法
- SH/T 0253 轻质石油产品中总硫含量测定法（电量法）
- HG/T 2033 工业乙酸锑

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

三醋酸锑 Antimony triacetate
应用于 PET 合成的缩聚催化剂。

4 技术要求

4.1 主要原材料

三醋酸锑的合成主要包含三氧化二锑、乙酸酐、甲苯、活性炭等。

4.2 三氧化二锑

三氧化二锑的性能要求见表 1。

表 1 三氧化二锑性能指标

性能	最小值	最大值	测试方法
三氧化二锑 Sb ₂ O ₃ , %	99.80	—	GB/T 3253.8
砷 As, ppm	—	300	GB/T 3253.1
铅 Pb, ppm	—	300	GB/T 3253.3
铁 Fe, ppm	—	30	GB/T 3253.2
硒 Se, ppm	—	10	GB/T 3253.6
总硫, ppm	—	40	GB/T 3253.4
氯 Cl, ppm	—	30	—
粒径平均值, μm	—	1.0	YS/T 324
白度(Δ), %	93	—	YS/T 324
酒石酸不溶物, %	—	0.35	—

4.3 乙酸酐

乙酸酐的性能要求见表 2。

表 2 乙酸酐的性能指标

性能	最小值	最大值	测试方法
外观	透明, 无悬浮物	—	目视
乙酸酐 (CH ₃ CO) ₂ O, %	99.0	—	GB/T 10668
色度(Pt-Co)	—	10	GB/T 3143
铁 Fe, ppm	—	1	GB/T 3049
重金属(以 Pb 计), ppm	—	2	—
氯化物(以 Cl ⁻ 计), ppm	—	2	—
蒸发残渣 mg/100mL	—	5	GB/T 6324.2

4.4 甲苯

甲苯的性能要求见表 3。

表 3 甲苯性能指标

性能	最小值	最大值	测试方法
甲苯, %	99.9	—	ASTM D6526
色度(Pt-Co)	—	10	GB/T 3143
密度(20℃), kg/m ³	865	868	GB/T 2013
苯含量, % (m/m)	—	0.03	GB/T 3144
C8 芳烃含量, % (m/m)	—	0.05	GB/T 3144
非芳烃含量, % (m/m)	—	0.10	GB/T 3144

表 3 甲苯性能指标（续）

性 能	最 小 值	最 大 值	测 试 方 法
酸洗比色, g K ₂ Cr ₂ O ₇ /L	-	0.20	GB/T 2012
总硫含量, mg/kg	-	2	SH/T 0253
蒸发残余物, mg/100mL	-	3	GB/T 3209
中性试验	中性	-	GB/T 1816

4.5 活性炭

活性炭的性能要求见表 4。

表 4 活性炭性能指标

性 能	最 小 值	最 大 值	测 试 方 法
水分, %	-	15	GB/T 7702.1
灰分, %	-	4.0	GB/T 7702.15
亚甲蓝吸附值, mg/g	340	-	GB/T 7702.6
pH	2.0	3.5	GB/T 7702.16

5 生产工艺

5.1 工艺流程见图 1

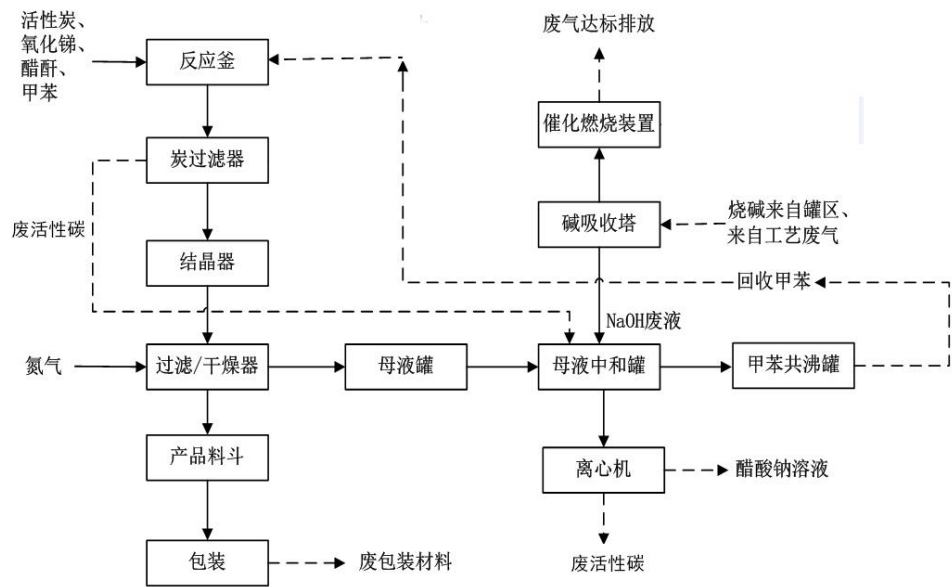


图 1 生产工艺流程图

5.2 反应工序

5.2.1 添加原料醋酸酐和三氧化二锑在反应釜中，在一定温度下反应生成三醋酸锑，溶解在甲苯溶剂中形成甲苯溶液；反应器设置独立的投料站，投料站中安装过滤袋，三氧化二锑和活性炭投料过程中，投料站呈微负压，确保粉尘被抽入投料站过滤袋过滤，被过滤的空气被引风机抽到到楼顶的活性炭过滤器后合格排放。

5.2.2 三氧化二锑、活性炭和甲苯投入到反应釜中，在搅拌下加热回流，去除物料的水份，避免醋酐与水份接触生成醋酸，提高醋酐的收率；醋酐与三氧化二锑的反应属于放热反应，在 PLC 中设定醋酐的投入量，醋酐以缓慢的速度输送到反应釜中，与三氧化二锑进行液固反应；醋酐按 2%的过量输入到反应釜

中，待醋酐全部输送到反应釜后，稳定一定的反应温度和时间，确保三氧化二锑完全反应，提高三氧化二锑的收率。

5.3 过滤工序

在反应釜中反应完全的物料经炭过滤器和篮式过滤器，过滤去除甲苯溶液中的不溶物，包括活性炭、硅藻土及未反应的三氧化二锑等杂质；经过滤的三醋酸锑甲苯溶液输送至结晶器中。

5.4 结晶工序

三醋酸锑的甲苯溶液在结晶器中，夹套通入蒸汽加热，使溶液浓缩；在 PLC 中设定结晶程序，使结晶器按设定的结晶程序缓慢抽真空降温；抽真空和降到一定温度后，三醋酸锑晶体析出，结晶程序捕捉到结晶点，使结晶器在此真空和温度下保持半小时，每批产品都保持稳定的生晶时间和养晶时间，使结晶数量和晶体大小保持稳定。稳定半小时的生晶时间后，继续抽真控和冷冻水降温，温度降至 28℃ 后，把物料排到过滤干燥器中。

5.5 过滤干燥工序

结晶工序完成后，晶体和母液排入过滤干燥器。甲苯在过滤干燥器的底滤网中初步分离，甲苯进入母液罐循环使用；经初步分离的物料在过滤干燥器中利用循环热氮气把甲苯带出来，经冷凝器冷凝分离，甲苯进入母液罐。其中，循环的热氮气在换热器中由蒸汽加热，过滤干燥器的夹套中通入热水加热干燥三醋酸锑，经干燥合格的产品排到产品料斗中，经破碎机后进入包装机包装。

5.6 母液再生

母液在一定周期内需经中和水洗或蒸馏再生；过滤器中清理出来含氧化锑的活性炭，甲苯含量一般在 30%～50%，在调配罐中加入一定量的市政水，输送到母液中和罐中，在夹套中通入蒸汽，把甲苯从氧化锑和活性炭中脱附出来，把甲苯回收到三醋酸锑生产系统中；分离罐中的甲苯蒸发出来回收后，经过蒸馏脱附甲苯的氧化锑和活生炭水悬浮液，在离心机中固液分离，固体氧化锑给氧化锑供应商（生产厂家）回收处理；离心机分离出来的水相，加入一定量的氢氧化钠，使水溶液的 PH 在 8～10，确保水里的醋酸与氢氧化钠完全反应生成醋酸钠。

6 质量要求

本产品应满足表 5 性能要求：

表 5 三醋酸锑质量指标

性 能		指 标
酸值，mg KOH/g		最小值 530，最大值 580
锑含量，%		最小值 40.0，最大值 42.0
甲苯含量，%		最大值 0.20
乙二醇溶解性(室温)		无色透明
物理外观		白色结晶状固体
颜色	L*	最小值 90.0
	a*	最小值-1.0，最大值 3.5
	b*	最小值-2.0，最大值 5.0
铁 Fe，ppm		最大值 15
铅 Pb，ppm		最大值 40
氯离子含量，ppm		最大值 30

7 检验方法

7.1 性能指标试验方法

7.1.1 酸值测定：快速称取 2 g 试样至 250 mL 三角瓶中，加入 100 mL 蒸馏水，装上冷凝管后加热回流 1 小时。冷却后加入酚酞指示剂，用氢氧化钾标准滴定溶液滴定至微红色为终点，或使用电位滴定仪滴定。

7.1.2 锑含量测定：称取 0.4 g 试样至三角瓶中，加入 15 mL 浓盐酸溶解后，加入 150 mL 蒸馏水和 15 mL 浓硫酸，摇匀后冷却至 5~10 °C，用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至微红色为终点，或使用电位滴定仪滴定。

7.1.3 甲苯含量测定：称取 1 g 试样置于样品瓶中，加入环己烷做溶剂，加入对二甲苯做内标，抽取 0.5 μL 试样溶液，注入气相色谱仪，运行后用内标法计算甲苯的百分含量。

7.1.4 颜色测定：用标准黑筒和工作标准白板对分光测色仪进行校准后，将试样装于测色塑料袋中铺平，用测色仪测量其表面颜色，颜色测量使用 CIELAB 颜色刻度 (L*, a* 和 b*)。

7.1.5 铁、铅等微量金属含量测定：称取 2 g 试样，加入 20 mL 浓盐酸溶解后，加入钪做内标，定容至 100mL。待测元素在电感耦合等离子体炬焰中激发，发射出所含元素的特征谱线，根据元素特征谱线的强度与标准溶液的谱线强度比对，得到待测元素的含量。

7.1.6 氯离子含量测定：称取 1 g 试样于 50 mL 比色管中，加入 15 mL 酒石酸溶液，振荡溶解后，加入 1 mL 硝酸溶液和 5~10 滴硝酸银溶液，加水至刻度后摇匀。放置 5 min 后与相同条件下加有氯离子标准溶液的比色管进行比较，试样的浊度不得大于标准。

7.2 安全措施

7.2.1 实验员应穿戴安全眼镜、防毒面具、实验服、防化手套及安全鞋、安全帽等。

7.2.2 测定使用的化学试剂具有腐蚀性、有毒性，应小心操作，具体安全措施请阅读相关的 MSDS。

7.3 环境要求

7.3.1 环境 5 °C ~ 35 °C。

7.3.2 相对湿度 < 80%。

8 检验规则

8.1 本产品应由质量检验部门进行检验，应保证出厂产品都符合本标准的要求，并附有质量证明书，内容包括：生产厂名称、厂址、产品名称，等级、批号、净含量、生产日期和本标准编号。

8.2 按 GB/T 6678 中 6.6 规定确定采样单元数，采样应符合 GB/T 6679 中第 2 章的规定。

8.3 检验结果应符合本文件条款 6 的要求，如有一项不符合标准要求时，应重新自两倍量的包装中取样进行复检。复检结果即使只有一项指标不符合本标准要求时，则整批产品为不合格。

9 标签

应符合 GB 15258 的要求。

10 包装、储存、运输

10.1 包装

10.1.1 包装重量

HDPE 塑料桶盛装，净重 15.00 ± 0.15 kg/桶；毛重 16.00 ± 0.15 kg/桶。

10.1.2 包装外观

——打包带垂直，上下距离外箱边缘偏差 < 2 cm；

——打包带头 < 5 cm；

——产品标签不遮盖纸箱印刷标签，产品标签上部两头距离外箱上部边边缘偏差 $< 2\text{ cm}$ 。

10.2 储存

本产品应贮存在通风阴凉干燥处，贮存期为一年。

10.3 运输

运输时，应该轻装、轻卸、避免碰撞，防止日晒、雨淋和受潮。
