



中华人民共和国国家标准

GB/T 26026—2010

硫醇甲基锡

Methyltin mercaptide

2011-01-10 发布

2011-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

附录 A、附录 B、附录 C 均为规范性附录。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本标准由云南锡业集团(控股)有限责任公司负责起草。

本标准主要起草人:白健、曹靖、李天敏、郭应辉、丁锡波、徐万立。

硫 醇 甲 基 锡

1 范围

本标准规定了硫醇甲基锡的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、贮存、运输、质量证明书及合同(或订货单)等内容。

本标准适用于以锡和巯基乙酸异辛酯为原料生产的硫醇甲基锡。

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 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(neq ISO 6353-1:1982)

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

GB/T 4472 化工产品密度、相对密度测定通则

GB/T 6488 液体化工产品 折光率的测定(20 ℃)

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断

GB/T 10247 粘度测量方法

GB/T 10574.1 锡铅焊料化学分析方法 锡量的测定

3 术语、定义、符号

下列术语、定义、符号适用于本标准。

3.1

分子式 molecular formula

本产品的分子式为 $(\text{CH}_3)_n\text{Sn}(\text{SCH}_2\text{COOC}_8\text{H}_{17})_{4-n}$ 。

3.2

批 batch

质量指标相同的产品总和。

3.3

上部样品 upper sample

在液面下相当于一定体积(总体积的 1/6)的深处采得的一种部位样品。如图 1 所示。

3.4

中部样品 middle sample

在液面下相当于总体积一半的深处采得的一种部位样品。如图 1 所示。

3.5

下部样品 lower sample

在液面下相当于一定体积(总体积的 5/6)的深处采得的一种部位样品。如图 1 所示。

3.6

平均样品 average sample

把采得的一组部位样品按一定比例混合成的样品。

3.7

混合样品 composite sample

把容器中物料混匀后随机采得的样品。

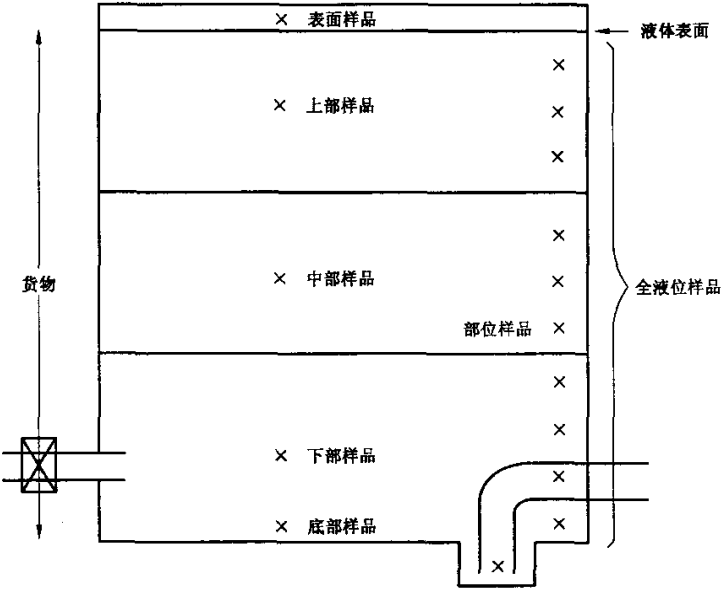


图 1 按 GB/T 6680 规定样品类型分布图

4 要求

4.1 产品牌号

按产品性能及用途分为:178、181、183、217 四个牌号。

4.2 产品性状

产品为液体。

4.3 产品质量

产品质量指标应符合表 1 的规定。

表 1 硫醇甲基锡质量指标

指标名称 \ 牌号	178	181	183	217
锡含量/%	15.50~17.00	18.70~19.70	14.00~15.50	16.80~17.80
硫含量/%	10.70~11.70	11.50~12.50	9.00~10.50	10.30~11.30
密度/(g/cm ³)20℃	1.120~1.150	1.160~1.190	1.100~1.160	1.100~1.160
黏度/(mPa·s)20℃	≤110	≤100	≤110	≤100
透光率(440 nm)/%	≥80.0	≥95.0	≥60.0	≥80.0
色度(Pt-Co)	≤100	≤30	≤150	≤100
折光率/% 20℃	1.502~1.510	1.507~1.514	1.502~1.510	1.502~1.510
酸值/(mg KOH/g)	≤4.0	≤4.0	≤4.0	≤4.0
注：需方若对产品质量指标有特殊要求时，由供需双方商定。				

4.4 产品颜色

产品的颜色应符合表 2 的规定。

表 2 硫醇甲基锡产品颜色

牌 号	178	181	183	217
颜色	黄色透明液体	无色透明液体	黄色透明液体	微黄色透明液体

4.5 外观

产品颜色正常,无明显的外来杂物。

5 试验方法

5.1 分析中所用标准滴定溶液、制剂及制品,按 GB/T 601、GB/T 603 规定制备,实验室用水符合 GB/T 6682 中规定的三级水。

5.2 锡含量的测定

称取 0.25 g 试样(精确至 0.000 1 g),置于 300 mL 锥形瓶中,加入 10 mL 浓硫酸加热炭化 40 分钟,取下冷却至室温,加入 10 mL 过氧化氢加热至溶液变至无色透明,取下冷却至室温,加入 100 mL 盐酸(1+1),1 g 还原铁粉,然后按 GB/T 10574.1 进行测定。

5.3 硫含量的测定

硫含量的测定按附录 A 的规定进行。

5.4 密度的测定

采用 GB/T 4472 的方法进行测定。

5.5 黏度的测定

采用 GB/T 10247 中“2 毛细管法”的方法进行测定。

5.6 透光率的测定

透光率的测定按附录 B 的规定进行。

5.7 色度的测定

采用 GB/T 3143 的方法进行测定。

5.8 折光率的测定

采用 GB/T 6488 的方法进行测定。

5.9 酸值的测定

酸值的测定按附录 C 的规定进行。

5.10 产品的颜色及外观用目视检测。

6 检验规则

6.1 检验和验收

6.1.1 产品由供方质量技术监督部门进行检验,保证产品符合本标准或合同(或订货单)规定,并填写产品质量证明书。

6.1.2 需方对收到产品按本标准的规定进行检验,如检验结果与本标准或合同(或订货单)内容不符合,应在收到产品之日起 30 日内提出,由供需双方协商解决。如需仲裁,由供需双方共同在需方采集仲裁样品。

6.2 组批

产品应成批提交检验,每批应由同一牌号组成。每批质量不大于 20 000 kg。

6.3 检验项目

按 4.3、4.4、4.5 的规定,对每批产品进行逐批检验,颜色、外观进行逐件检验,并确认产品的各项检验项目指标值。

6.4 取样和制样

6.4.1 产品的取样和制样应符合表 3 的规定。

表 3 硫醇甲基锡的取样和制样

检验项目	取样和制样方法	要求的章条号	试验方法的章条号
产品质量指标	6.4.2	4.3	5.2~5.9
颜色及外观	逐件	4.4、4.5	5.10

6.4.2 产品质量指标的仲裁取样和制样

6.4.2.1 取样数。仲裁取样的样品数和样品量按 GB/T 6678 的规定执行。具体见表 4。

表 4 产品的取样数

供货批数量/桶	抽取数量/桶
1~10	全数抽取
11~49	11
50~64	12
65~81	13

6.4.2.2 取样方法

取样采用玻璃、金属或塑料制成的采样管,在产品混匀呈静态下,截取上部、中部、下部(见图1所示)液面样,每段的样品量为220 mL~250 mL,样品总量不小于660 mL。

6.4.2.3 试样的制备

将所取样品混匀分为三份,每份约200 mL,供需双方各一份,仲裁单位一份。每份样品必须立即装入干燥、密封容器中,贴上标签。标签需注明生产单位、产品名称、产品牌号、产品批号、检测项目、取样日期等,同时在样品容器的封口处粘贴封条,封条须供需双方签章。

6.5 检验结果的判定

6.5.1 检验结果数值的修约和判定,按GB/T 8170执行。

6.5.2 产品质量指标的检验结果若有一项不符合本标准4.3或合同(或订货单)规定时,应从该批产品中再取双倍于6.4.2.1规定的试样量进行重复试验,若重复试验结果全部合格,则判定该批产品合格,若重复试验结果仍不符合本标准4.3规定,则判该批不合格。

6.5.3 颜色和外观质量不符合本标准规定时,则按桶判为不合格。

7 标志、包装、贮存、运输

7.1 标志

每桶产品应注明:

- a) 生产企业名称、商标;
- b) 产品名称;
- c) 执行标准、牌号;
- d) 产品批号、质量;
- e) 生产日期、生产企业地址及用户须知等。

7.2 包装、贮存、运输

7.2.1 包装。

内衬聚四氟铁桶或聚乙烯吹塑桶包装,250 kg/桶,也可以按用户的要求进行包装。

7.2.2 贮存和运输。

将产品贮存于阴凉干燥处,用后立即密封。本产品在运输途中应防雨淋、日晒,小心轻放。

7.3 质量证明书

每批产品应附有质量证明书,其上注明:

- a) 生产企业名称、地址、电话、传真;
- b) 商标、产品名称;
- c) 执行标准、牌号、批号;
- d) 质量指标检验结果和质量技术监督部门印记;
- e) 生产日期。

8 合同(或订货单)内容

本标准所列产品的合同(或订货单)内应包括下列内容:

- a) 产品名称；
- b) 执行标准、牌号；
- c) 件数和包装要求；
- d) 其他。

附录 A

(规范性附录)

硫醇甲基锡中硫含量的测定 碘滴定法

A.1 范围

本部分规定了硫醇甲基锡中硫含量的测定方法。

本部分适用于硫醇甲基锡中硫含量的测定。测定范围:5.00%~15.00%。

A.2 方法提要

试样溶于无水乙醇,用碘标准溶液滴定至黄色为终点。

A.3 试剂

A.3.1 无水乙醇。

A.3.2 碘标准溶液[$c(1/2I_2)=0.05\text{ mol/L}$]。

A.3.2.1 配制:称 32.8 g 碘及 87.5 g 碘化钾,溶于 100 mL 水中,稀释至 5 000 mL,摇匀,保存于棕色瓶中。

A.3.2.2 标定:称 1.5 g 基准三氧化二砷(准确至 0.000 1 g),加 40 mL 氢氧化钠溶液[$c(\text{NaOH})=1\text{ mol/L}$]溶解,加 2 滴酚酞指示剂(10 g/L),用硫酸溶液[$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=1.0\text{ mol/L}$]中和,加 3 g 碳酸氢钠溶液溶解,移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。移取 10 mL 三氧化二砷溶液(此溶液每毫升含 0.007 5 g 三氧化二砷),加入 20 mL 饱和碳酸氢钠溶液,3 mL 淀粉(10 g/L),用配制好的碘标准溶液滴定至溶液呈蓝色,同时做空白实验。

按式(A.1)计算碘标准溶液实际浓度:

$$c = \frac{m}{(V_1 - V_0) \times 0.049\ 46} \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

c ——碘标准溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——标定时,滴定三氧化二砷所消耗的碘标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——标定时,滴定空白试液所消耗的碘标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

0.049 46 ——三氧化二砷的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

m ——三氧化二砷的质量,单位为克(g)。

A.4 分析步骤

A.4.1 试料

称取 0.2 g 试样,精确至 0.000 1 g。

A.4.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

A.4.3 空白试验

随同试料做空白试验。

A.4.4 将试料(4.1)置于 150 mL 的锥形瓶中,加入 40 mL 无水乙醇,充分摇匀,用碘标准溶液滴定至黄色为终点。

A.5 分析结果的计算

硫含量以硫的质量分数 $w(S)$ 计,数值以 % 表示,按公式(A.2)计算。

$$w(S) = \frac{c \cdot (V_1 - V_2) \times 0.032}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

- c —— 碘标准溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_1 —— 测定时,滴定试料溶液所消耗碘标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_2 —— 测定时,滴定空白溶液所消耗碘标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 0.032 —— 硫的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- m —— 试料的质量,单位为克(g)。

A.6 允许误差

实验之间的分析结果差值应不大于表 A.1 所允许的范围。

表 A.1 误差范围 %

硫含量	5~15
允许误差	0.2

附录 B
(规范性附录)

硫醇甲基锡中透光率的测定 分光光度法

B.1 范围

本部分规定了硫醇甲基锡中透光率的测定方法。
本部分适用于硫醇甲基锡中透光率的测定。测定范围：0.00%~100.0%。

B.2 方法提要

以蒸馏水为标准溶液，设定它的透光率(*T*)为 100%，被测试样的透光率相对于标准溶液而得到。

B.3 仪器

- B.3.1 可见分光光度计。
- B.3.2 比色皿(2 cm)。

B.4 分析步骤

- B.4.1 调节波长旋钮使波长移到所需处。
- B.4.2 在其中一个比色皿放入蒸馏水，其余放入待测试样。将比色皿放入样品池内的比色架中，盖上样品池盖。
- B.4.3 将蒸馏水推入光路，显示(*T*)状态。
- B.4.4 按“100%”键，至显示打开样品池，按“0%”键，显示“T0.0”。
- B.4.5 盖上样品池盖，按“100%”键，至显示“T100.0”。
- B.4.6 将待测试样推入光路，显示试样的(*T*)值。

B.5 允许误差

实验之间的分析结果差值应不大于表 B.1 所允许的范围。

表 B.1 误差范围 %

透光率	0.00%~100.0%
允许误差	0.8%

附 录 C
(规范性附录)

硫醇甲基锡中酸值的测定 氢氧化钠滴定法

C.1 范围

本部分规定了硫醇甲基锡中酸值的测定方法。
本部分适用于硫醇甲基锡中酸值的测定。测定范围 0.1 mg/g~100.00 mg/g。

C.2 方法提要

试样溶解于有机溶剂,加苯酚红指示剂,用氢氧化钠标准溶液滴至浅红色为终点。

C.3 试剂

- C.3.1 异丙醇。
- C.3.2 氢氧化钠标准溶液(0.1 mol/L):配制和标定按 GB/T 601 进行。
- C.3.3 苯酚红:称取 0.1 g 苯酚红指示剂于 14.2 mL 0.02 mol/L 氢氧化钠溶液中,用水稀释至 250 mL。

C.4 分析步骤

C.4.1 试料

称取 1.5 g~2.0 g 试样(准确到 0.000 1 g)。

C.4.2 测定次数

独立地进行二次测定,取其平均值。

C.4.3 空白试验

随同试料做空白试验。

C.4.4 测定

称取 1.5 g~2.0 g 试样于 300 mL 锥形瓶中,加入 100 mL 异丙醇溶液,待样品溶解后,加入 2 滴苯酚红,用 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定至浅红色,保持 15 s 不退色即为终点。

C.5 分析结果的计算

硫醇甲基锡的酸值(A)以中和 1 g 硫醇甲基锡的氢氧化钠的质量(mg)表示,按式(C.1)计算硫醇甲基锡酸值的含量。

$$A = \frac{B \cdot (V_1 - V_2) \times 56.11}{m} \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

V_1 ——滴定样品耗氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定空白耗氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

B ——氢氧化钠标准溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量,单位为克(g);

56.11——KOH 的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

C.6 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于 0.1 mg KOH/g。
