

# T/CPCIF

中国石油和化学工业联合会团体标准

T/XXX XXXX—XXXX

## 有机硅单体合成用三元铜催化剂

Ternary copper catalyst for synthesis of silicone monomer

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中国石油和化学工业联合会 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。

本文件由中国石油和化学工业联合会标准化工作委员会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

征求意见稿

# 有机硅单体合成用三元铜催化剂

## 1 范围

本文件规定了有机硅单体合成用三元铜催化剂术语和定义、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于有机硅甲基氯硅烷单体合成用三元铜催化剂。

## 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/T 191 包装储运图示标志

GB/T 1479.1 金属粉末 松装密度的测定 第1部分：漏斗法

GB/T 5121.2 铜及铜合金化学分析方法 第2部分：磷含量的测定

GB/T 5121.13 铜及铜合金化学分析方法 第13部分：铝含量的测定

GB/T 5121.28 铜及铜合金化学分析方法 第28部分：铬、铁、锰、钴、镍、锌、砷、硒、银、镉、锡、锑、碲、铅和铋含量的测定 电感耦合等离子体质谱法

GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19077 粒度分布 激光衍射法

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1 三元铜催化剂

一种由铜（Cu）、氧化亚铜（Cu<sub>2</sub>O）、氧化铜（CuO）构成的三元组分催化剂。

### 3.2 D50

一个粉体样品的累计粒度分布百分数达到50%时所对应的颗粒粒径，单位为微米（μm）。也称为中位粒径，它的物理意义是粒径大于它的颗粒占50%，小于它的颗粒也占50%。

### 3.3 D90

一个粉体样品的累计粒度分布百分数达到90%时所对应的颗粒粒径，单位为微米（μm）。它的物理意义是粒径小于该值的颗粒的数量占90%数量百分数。

## 4 技术要求

有机硅单体合成用三元铜催化剂的技术要求应符合表1的规定。

表1 技术指标

项 目		指 标
外观		粉末状、质地均匀、无结块
粒度分布	D50, μm	≤ 20
	D90, μm	≤ 40

表1 技术指标（续）

松装密度, g/cm <sup>3</sup>		1.0~2.2
水分含量, w/%		≤ 0.2
三元组分含量	Cu含量, w/%	1~10
	Cu <sub>2</sub> O含量, w/%	70~98
	CuO含量, w/%	1~25
助剂	Sn含量, mg/kg	0~2000
	Al含量, mg/kg	测定值
	P含量, mg/kg	
	Zn含量, w/%	
杂质	Fe含量, mg/kg	≤ 1000
	Pb含量, mg/kg	≤ 100
	Ni含量, mg/kg	≤ 40
	Sb含量, mg/kg	≤ 1.0

## 5 试验方法

### 5.1 外观

在自然光下横向透视观察。

### 5.2 粒度分布的测定

#### 5.2.1 样品的配置

按GB/T 19077要求配置样品，介质为水，分散剂为乙醇。

#### 5.2.2 检测仪器

激光粒度分布仪：测量范围0.1~460 μm。

#### 5.2.3 检测仪器的光学参数和小测试参数

介质：水；折光率上限：20；折光率下限：15；采样次数：100；连续次数：3；光学模式：Mie；分布类型：体积分布；分析模式：多峰。

#### 5.2.4 检测要求

按GB/T 19077要求进行测试，平行测试三次。

#### 5.2.5 检测结果

所测D50和D90的相对差值不应超过0.1μm，最终结果取三次测试的平均值。

### 5.3 松装密度的测定

按GB/T 1479.1中漏斗法的规定进行测定。

### 5.4 水分含量的测定

卡式炉与库伦法滴定仪或容量法滴定仪连接，在卡式炉中加热样品，其水分以水蒸汽的形式释放出来，采用空气气流或惰性气体气流将这些水蒸汽流通过GB/T 6283中的带橡皮塞进样口（附录C中13）送入滴定容器，按GB/T 6283进行测定。

### 5.5 三元组分含量的测定

按附录A进行测定。

### 5.6 助剂含量的测定

按GB/T 5121.28、GB/T 5121.2、GB/T 5121.13进行测定。

## 5.7 杂质含量的测定

按GB/T 5121.28进行测定。

## 6 检验规则

### 6.1 组批

以相同原料、相同配方、相同工艺生产的不超过10 t产品为一批。

### 6.2 抽样

每批产品按GB/T 6678规定的采样方法随机采样。取样量不少于100g，取两份样品，粘贴标签，注明产品名称、批号、取样日期、取样人姓名。一份用于检验，一份保存备查。

### 6.3 出厂检验

本文件表1规定的所有项目为出厂检验项目，出厂检验项目应逐批检验。

### 6.4 合格判定

检验结果的判定按GB/T 8170中的修约值比较法进行。

所有检验结果符合本文件第4章的要求，则该批产品合格。

检验结果如果有指标不符合本文件表1的技术要求，产品应重新加倍取样进行检验，复检结果如仍有一项指标不符合本文件表1的技术要求，则该批产品为不合格。

## 7 标志、包装、运输与贮存

### 7.1 标志

包装容器上应有清晰、明显、牢固的标志，其内容包括：生产厂商名称、厂址、联系电话、产品名称、生产日期、生产批号、净含量、保质期、本文件编号。并应有符合GB/T 191规定的“怕雨”、“怕晒”标志。

### 7.2 包装

包装形式按供需双方商定。

每一批产品应附有合格证或质量报告。

### 7.3 运输

运输、装卸应按照货物运输规定进行，轻装轻卸、防止撞击，避免包装破损，防止日晒雨淋。

### 7.4 贮存

产品应存放在通风、干燥、防止日光直射的场所。

产品在符合本文件规定的运输、贮存条件下，自生产之日起贮存期为12个月。

附录 A  
(规范性)  
三元组分含量的测定方法

### A.1 仪器设备

- A.1.1 循环水式多用真空泵：工作水温4~10 °C。
- A.1.2 分析天平：精确至0.0001 g。
- A.1.3 恒温水浴装置。
- A.1.4 酸式滴定管：50 mL。
- A.1.5 锥形瓶：500 mL。
- A.1.6 容量瓶：200 mL，500 mL。
- A.1.7 烧杯：200 mL，500 mL。
- A.1.8 量筒：25 mL，50 mL，100 mL。
- A.1.9 抽滤瓶：500 mL。
- A.1.10 布氏漏斗：Φ100 mm。
- A.1.11 铁架台。

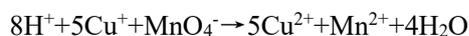
### A.2 试剂

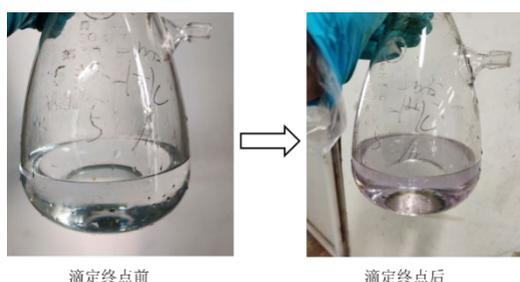
- A.2.1 除非另有说明，在分析中仅适用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。
- A.2.2 磷酸：分析纯。
- A.2.3 硫酸：分析纯。
- A.2.4 乙腈：分析纯。
- A.2.5 盐酸：分析纯。
- A.2.6 六水合氯化铁：分析纯。
- A.2.7 一水合硫酸锰：分析纯。
- A.2.8 高锰酸钾：分析纯。
- A.2.9 氯化铁溶液：将125 mL质量比为37%的浓盐酸加入200 mL去离子水中，再加入50 g六水合氯化铁（FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O），溶解后转入500 mL容量瓶中并用去离子水定容。
- A.2.10 硫酸锰溶液：将30 mL浓硫酸缓缓加入70 mL水中，冷却后加入30 mL浓磷酸混匀，再加入20 g硫酸锰，待硫酸锰完全溶解后，将溶液转移到200 mL容量瓶中并用去离子水定容。
- A.2.11 0.02 mol/L 高锰酸钾溶液：1.5803 g高锰酸钾定容到500 mL容量瓶。
- A.2.12 体积比1:1的盐酸溶液：100 mL浓盐酸加入100mL水中。

### A.3 步骤

#### A.3.1 氧化亚铜含量测定

称取0.3 g(精确到0.0001)样品放入锥形瓶中，加入乙腈120 mL，在不断摇动下尽快加入盐酸溶液（A2.12）40 mL，摇动20秒后快速抽滤。抽滤过程中，量取160 mL去离子水清洗锥形瓶，将洗后的溶液继续抽滤到抽滤瓶中，用0.02 mol/L高锰酸钾溶液滴定抽滤瓶滤液中的Cu<sup>+</sup>，颜色由无色变微红时为滴定终点（图A.1），记录消耗的高锰酸钾溶液体积。每1 mL 0.02 mol/L 高锰酸钾相当于0.007155 g氧化亚铜，得氧化亚铜含量。

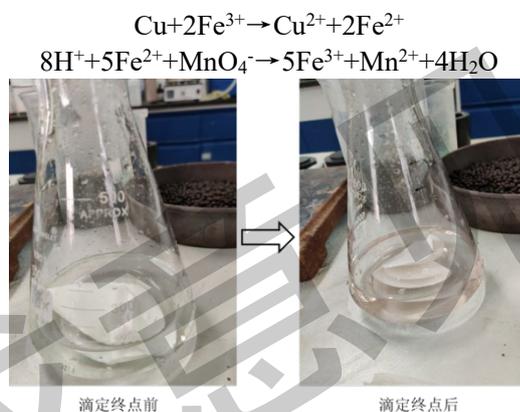




图A.1 氧化亚铜含量测定滴定终点前后溶液颜色变化

### A.3.2 铜含量测定

量取20 mL氯化铁溶液加入到上述装有乙腈浸取后沉积物的漏斗里，待氯化铁溶液完全流入锥形瓶后，将滤纸转移到锥形瓶中，并用少量去离子水清洗漏斗，然后在50 °C水浴中搅拌5分钟使沉积物溶于氯化铁溶液。冷却后加入硫酸锰溶液20 mL、水100 mL稀释，用0.02 mol/L高锰酸钾溶液滴定 $\text{Fe}^{2+}$ 。颜色由无色变微红时为滴定终点（图A.2），记录消耗的高锰酸钾溶液体积。每1 mL 0.02 mol/L 高锰酸钾相当于0.003178 g铜，得铜含量。



图A.2 铜含量测定滴定终点前后溶液颜色变化

### A.3.3 氧化铜含量测定

氧化铜的含量为100%减去氧化亚铜和铜的百分含量。

### A.4 分析结果的计算

按式（A.1）计算氧化亚铜的含量 $C(\text{Cu}_2\text{O})$ ，式（A.2）计算铜的含量 $C(\text{Cu})$ ，式（A.3）计算铜的含量 $C(\text{CuO})$ ，数值以%表示：

$$C(\text{Cu}_2\text{O}) = \frac{V_1 \times 0.007155}{m} \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

$$C(\text{Cu}) = \frac{V_2 \times 0.003178}{m} \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

$$C(\text{CuO}) = 100\% - C(\text{Cu}) - C(\text{Cu}_2\text{O}) \dots\dots\dots (\text{A.3})$$

式中：

$V_1$  — 测试氧化亚铜含量时消耗的高锰酸钾体积，单位为毫升（mL）；

$V_2$  — 测试铜含量时消耗的高锰酸钾体积，单位为毫升（mL）；

$m$  — 样品实际质量，单位为克（g）。

所得结果表示至小数点后第二位。

### A.5 平行测定

平行测试三次，测试样品的三元组分含量相对差值不超过1.0%，最终结果取三次测试的平均值。

中国石油和化学工业联合会团体标准

《有机硅单体合成用三元铜催化剂》

编制说明

(征求意见稿)

征求意见稿

团体标准起草小组

2023 年 7 月

# 目 录

1 任务来源.....	1
2 标准制定背景.....	1
2.1 行业背景.....	1
2.2 国内外企业情况.....	2
3 制定标准的目的和意义.....	2
4 标准编制原则.....	2
5 标准编制依据.....	3
6 标准编制过程.....	3
7 主要标准内容的说明.....	4
7.1 范围.....	4
7.2 要求.....	4
7.3 试验方法.....	6
7.4 检验规则.....	7
7.5 标志、包装、运输和贮存.....	7
8 主要试验验证情况分析.....	7
9 专利说明.....	7
10 产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效果等情况.....	7
11 采用国际标准和国外先进标准情况.....	8
12 与现有法律法规的协调性.....	8
13 重大分歧意见的处理经过和依据.....	8
14 标准性质的建议说明.....	8
15 贯彻标准的要求和措施建议.....	8
16 废止现行相关标准的建议.....	8
17 标准水平分析.....	8
附录一 三元组分含量测定方法.....	9
A.1 仪器设备.....	9
A.2 试剂.....	9
A.3 步骤.....	9

A. 4 分析结果的计算.....	10
A. 5 平行测定.....	11
附录二 产品验证报告.....	1

征求意见稿

# 有机硅单体合成用三元铜催化剂

## 编制说明

### 1 任务来源

根据中国石油和化学工业联合会印发《关于印发2022年第一批中国石油和化学工业联合会团体标准项目计划的通知》，《有机硅单体合成用三元铜催化剂》被列入中国石油和化学工业联合会团体标准制定计划。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出，中国石油和化学工业联合会标准化工作委员会归口，由安徽旭晶催化剂科技有限公司、中国科学院过程工程研究所、合盛硅业股份有限公司、江西蓝星星火有机硅有限公司、北京有研粉末新材料研究院有限公司、江苏智微新材料科技有限公司、北京国化新材料技术研究院有限公司组织起草。

### 2 标准制定背景

#### 2.1 行业背景

有机硅材料是我国“十四五”期间大力发展的化工新材料之一，有“工业味精”和“科技催化剂”之称。其中，二甲基二氯硅烷（M2）是有机硅材料用量最大的单体原料，约占有机硅行业单体产量的90%。目前工业上合成有机硅单体的主要生产工艺是在铜基主催化剂和少量助剂作用下，硅粉(Si)和氯甲烷(MeCl)发生直接取代反应生产M2。该方法原料易得，工序简单，但副反应众多。通过改良催化剂可以显著提高M2的收率，是发展有机硅工业的关键方向之一。

铜系催化剂是直接法合成甲基氯硅烷的经典催化剂。工业上最初使用的催化剂为电解铜粉，但其催化活性较差；后期开发的氯化亚铜自身稳定性较差，因此也逐渐被淘汰。目前生产中使用最多的为三元铜催化剂Cu-Cu<sub>2</sub>O-CuO,该催化剂具有M2选择性高、诱导期短、稳定性好和易于储存等优点。

## 2.2 国内外企业情况

1962年，美国SCM(Smith Corona Marchant)公司率先研发出Cu-Cu<sub>2</sub>O-CuO三元铜催化剂，主要采用铜粉先空气氧化、再高能球磨的两步法工艺。当今世界上主要的有机硅生产公司如陶氏、瓦克、迈图、拜耳等，均采用该催化剂。国内大多生产厂家对三元铜催化剂的生产技术都是借鉴模仿国外生产技术，且生产工艺技术复杂，生产成本低。

国内有机硅单体厂建设规模在逐年增长。截止2021年底，中国有机硅单体产能约422万吨/年，产量约360万吨，均占全球总量的一半以上，对三元铜催化剂的需求量接近1.2万吨。多家企业已启动或正在规划有机硅单体新建、扩建项目，计划产能约735万吨/年，由此推断未来三元铜催化剂需求量将大幅增加，市场前景可观。

## 3 制定标准的意义

甲基氯硅烷是制备有机硅材料最重要的有机硅单体，如何提高M2产率和选择性一直是有机硅行业的研究热点，催化剂则是决定催化反应性能优劣的关键。目前生产中使用最多的就是三元铜催化剂Cu-Cu<sub>2</sub>O-CuO。该催化剂具有M2选择性高、诱导期短、稳定性好和易于存储等优点。近来大量研究工作主要集中于三元铜催化剂的制备工艺方面。目前国内各厂家三元铜催化剂产品制备方法不同，粒径大小不同、组成差别大、导致催化效果参差不齐。国内尚无催化剂相关的产品标准，使得在实际应用过程中，催化剂的品质无规可循，不能从规范角度提供强有力的支持与保障。因此，编制本标准的目的在于弥补这一空白。制定三元铜催化剂指标，明确检测方法，统一产业标准，更有利于促进有机硅单体合成技术的不断进步。建立统一的有机硅单体合成用催化剂标准至关重要。

期望通过本标准的编制实施，能规范有机硅单体厂合成用三元铜催化剂在行业内的统一，在未来该材料的使用和规范方面有指导意义，促进我国有机硅行业的发展。

## 4 标准编制原则

本标准的编制严格按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则》进行编写，力求依据科学、定义准确、表述明确、与时俱进。

同时，在标准制定过程中，相关指标的设定遵循《中国石油和化学工业联合会团体标准管理办法》和以下3条原则：

- 1) 有利于促进技术进步，满足行业创新的原则；
- 2) 有利于合理利用资源，提高发展质量的原则；
- 3) 遵循“市场导向、先进引领、快速响应、服务产业”的原则。

## 5 标准编制依据

本标准编制主要依据国内相关生产企业实际生产情况、业内客户的需求情况。

## 6 标准编制过程

(1) 2022年5月，为了推动有机硅单体合成用三元铜催化剂产品的发展，促进生产企业的公平竞争，安徽旭晶催化剂科技有限公司、北京国化新材料技术研究院等企业就有机硅单体合成用三元铜催化剂的国内外相关标准、生产现状、需求现状、主要技术指标及相关专利等方面进行调研，确定了《有机硅单体合成用三元铜催化剂》团体标准的基本内容和制定计划，并决定启动标准的立项申报工作。经过充分调研，对立项建议书进行多次讨论修改后，向中国石油和化学工业联合会提交该标准的立项申请。

(2) 2022年7月，石化联合会发布《关于印发2022年第一批中国石油和化学工业联合会团体标准项目计划的通知》，《有机硅单体合成用三元铜催化剂》团体标准被批准立项。工作组积极开展标准的研制工作。通过腾讯会议、微信和电话等多种通讯形式就标准的研制工作进行多轮次讨论。

(3) 2022年10月，起草工作组通过腾讯会议召开了《有机硅单体合成用三元铜催化剂》标准草案第一次讨论会。安徽旭晶催化剂科技有限公司、中国科学院过程工程研究所、合盛硅业股份有限公司、江西蓝星星火有机硅有限公司、北京有研粉末新材料研究院有限公司、江苏智微新材料科技有限公司、北京国化新材料技术研究院等单位的专家和代表针对外观、理化指标、试验方法、检验规则、产品的标志、包装、运输和贮存等技术要求进行深入交流。

(4) 2023年2月，起草工作组通过腾讯会议召开了《有机硅单体合成用三元铜催化剂》团体标准草案第二次讨论会，安徽旭晶催化剂科技有限公司、中国科学院过程工程研究所、合盛硅业股份有限公司、江西蓝星星火有机硅有限公司、北京有研粉末新材料研究院有限公司、江苏智微新材料科技有限公司、北京国化新材料技术研究院等单位的专家和代表针对技术要求、试验方法展开了详细的讨论。

(5) 2023年4月起草工作组通过腾讯会议召开了《有机硅单体合成用三元铜催化剂》团体标准草案第三次讨论会，江西蓝星星火有机硅有限公司、安徽旭晶催化剂科技有限公司、北京国化新材料技术研究院单位的专家和代表针对就检测方法中粒度分布的测试问题展开了详细的讨论。

(6) 2023年6月工作组对标准草案中各项内容达成共识，共同确定《有机硅单体合成用三元铜催化剂》团体标准主要内容。

(6) 2023年6月，《有机硅单体合成用三元铜催化剂》征求意见稿及编制说明进行了公示。

## 7 主要标准内容的说明

### 7.1 范围

本文件规定了有机硅单体合成用三元铜催化剂的外观、理化指标、试验方法、检验规则、产品的标志、包装、运输和贮存等技术要求。

本文件适用于有机硅甲基氯硅烷单体合成用三元铜催化剂。

### 7.2 要求

#### 7.2.1 外观

外观指标用于对产品是否正常、是否存在其他杂质或吸潮等进行直接和定性的考察。合格的三元铜催化剂应为干燥，均匀的粉末。本标准规定有机硅单体合成用三元铜催化剂的外观应呈粉末状，质地均匀、无结块。

### 7.2.2 粒度分布

粒度分布直接反映催化剂颗粒大小和数量比例。颗粒越小，活性成分更多暴露于表面与反应物充分接触、发生反应，大幅度提高经济性和反应效率。为了发挥出催化剂的最佳性能，本标准规定 $D_{50} \leq 20 \mu\text{m}$ ， $D_{90} \leq 40 \mu\text{m}$ 。

### 7.2.3 松装密度

粉末松装密度是粉末在规定条件下自由充满标准容器后所测得的堆积密度。基于研讨结果，本标准规定松装密度范围为 $1.0 \sim 2.2 \text{ g/cm}^3$ 。

### 7.2.4 水分含量

水分含量即催化剂中的水含量。过高的水含量会影响催化剂的催化性能，应该控制在较低水平。三元铜催化剂中氧化亚铜成分易吸潮，且本身为细粉，所以结合生产企业和应用企业的实际情况，本标准规定水分含量 $\leq 0.2 \text{ w}\%$ 。

### 7.2.5 三元组分含量

三元组分含量指催化剂中Cu-Cu<sub>2</sub>O-CuO三种组分的含量，是该催化剂起催化活性的部分。为了保证催化生成有机硅单体的效率，本标准规定Cu含量范围为 $1 \sim 10 \text{ wt}\%$ ，Cu<sub>2</sub>O含量范围为 $70 \sim 90 \text{ wt}\%$ ，CuO含量范围为 $1 \sim 25 \text{ w}\%$ 。

### 7.2.6 助剂

助剂指在催化剂中加入的另一些物质，本身不具催化活性或活性很小，但能调控催化剂的部分性质，如电子结构、离子价态、酸碱性、表面结构、晶粒大小等，从而改善催化剂的转化率、选择性、稳定性等。助剂的存在会对反应产生重大影响，所以企业必须标注出各项组分的具体含量。

### 7.2.7 杂质

催化剂的杂质指因生产工艺不同而不可避免地被引入的物质，其含量在一定范围内不影响催化剂性能。结合生产企业和应用企业的实际情况，本标准规定杂质Fe的含量 $\leq 1000 \text{ mg/kg}$ ，杂质Pb的含量 $\leq 100 \text{ mg/kg}$ ，杂质Ni的含量 $\leq 40 \text{ mg/kg}$ ，杂质Sb的含量 $\leq 1.0 \text{ mg/kg}$ 。

## 7.3 试验方法

### 7.3.1 外观

方法规定在自然光下横向透视观察。

### 7.3.2 粒度分布

#### 7.3.2.1 样品的配置

按GB/T 19077要求配置样品，介质为水，分散剂为乙醇。

#### 7.3.2.2 检测仪器

激光粒度分布仪：测量范围0.1~460  $\mu\text{m}$ 。

#### 7.3.2.3 检测仪器的光学参数和测试参数

介质：水；折光率上限：20；折光率下限：15；采样次数：100；连续次数：3；光学模式：Mie；分布类型：体积分布；分析模式：多峰。

#### 7.3.2.4 检测要求

按GB/T 19077要求进行测试，平行测试三次。

#### 7.3.2.5 检测结果

所测D50和D90的相对差值不应超过0.1 $\mu\text{m}$ ，最终结果取三次测试的平均值。

### 7.3.3 松装密度

按GB/T 1479.1中漏斗法的规定进行测定。

### 7.3.4 水分含量

卡式炉与库伦法滴定仪或容量法滴定仪连接，在卡式炉中加热样品，其水分以水蒸汽的形式释放出来，采用空气气流或惰性气体气流将这些水蒸汽流通过GB/T 6283中的带橡皮塞进样口（附录C中13）送入滴定容器，按GB/T 6283进行测定。

### 7.3.5 三元组分含量

按附录一进行测定。

### 7.3.6 助剂

按GB/T 5121.28、GB/T 5121.2、GB/T 5121.13进行测定。

### 7.3.7 杂质

按GB/T 5121.28进行测定。

## 7.4 检验规则

本标准规定了有机硅单体合成用三元铜催化剂的组批、抽样、出厂检验、合格判定要求。

## 7.5 标志、包装、运输和贮存

本标准规定了有机硅单体合成用三元铜催化剂产品的标志、包装、运输、贮存要求。

## 8 主要试验验证情况分析

本次制定主要按拟定的标准方法，对有机硅单体合成用三元铜催化剂的粒度分布，水分含量、松装密度、Cu、Cu<sub>2</sub>O、CuO含量，助剂Al、Sn、P、Zn的含量、杂质Fe、Pb、Ni、Sb的含量进行测定，验证试验结果均符合要求，拟定方法可行，试验验证数据见附录二。

## 9 专利说明

该标准的执行不侵犯国内外专利。

## 10 产业化情况、推广应用论证和预期达到的经济效果等情况

有机硅单体合成用三元铜催化剂标准的编制，基于充分论证分析，结合了国内生产企业和需求企业的实际情况。该标准的制定，明确了优质三元铜催化剂的

各项技术指标、试验方法，对于有机硅单体合成用三元铜催化剂的行业规范性、先进性、以及对化工行业绿色化都将起到积极的示范作用。

## **11 采用国际标准和国外先进标准情况**

本标准不涉及国际国外标准。

## **12 与现有法律法规的协调性**

本文件符合现行相关法律、法规、规章及相关标准。

## **13 重大分歧意见的处理经过和依据**

标准制定过程中无重大分歧意见。

## **14 标准性质的建议说明**

本标准的性质为推荐性团体标准。

## **15 贯彻标准的要求和措施建议**

本标准目前正在制定阶段，报批稿提交后希望有关部门尽快批准发布，新标准发布后，使用单位须对标准进行宣贯，并按新标准的实施日期执行。

## **16 废止现行相关标准的建议**

无。

## **17 标准水平分析**

本标准适应目前国内实际生产，对产品技术指标标准化工作，标准的指标项目设置、指标数值及试验方法方面均能满足有机硅单体合成行业对催化剂的需求。本标准的试验方法可操作性强，结果准确可靠。

综合分析，本标准达到国内先进水平。

## 附录一 三元组分含量测定方法

### A.1 仪器设备

- A.1.1 循环水式多用真空泵：工作水温4~10 °C。
- A.1.2 分析天平：精确至0.0001 g。
- A.1.3 恒温水浴装置。
- A.1.4 酸式滴定管：50 mL。
- A.1.5 锥形瓶：500 mL。
- A.1.6 容量瓶：200 mL，500 mL。
- A.1.7 烧杯：200 mL，500 mL。
- A.1.8 量筒：25 mL，50 mL，100 mL。
- A.1.9 抽滤瓶：500 mL。
- A.1.10 布氏漏斗：Φ100 mm。
- A.1.11 铁架台。

### A.2 试剂

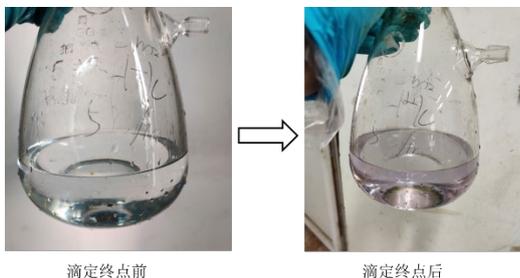
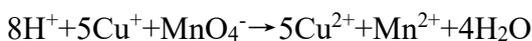
- A.2.1 除非另有说明，在分析中仅适用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水
- A.2.2 磷酸：分析纯。
- A.2.3 硫酸：分析纯。
- A.2.4 乙腈：分析纯。
- A.2.5 盐酸：分析纯。
- A.2.6 六水合氯化铁：分析纯。
- A.2.7 一水合硫酸锰：分析纯。
- A.2.8 高锰酸钾：分析纯。
- A.2.9 氯化铁溶液：将125 mL质量比为37%的浓盐酸加入200 mL去离子水中，再加入50 g六水合氯化铁（ $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ），溶解后转入500 mL容量瓶中并用去离子水定容。
- A.2.10 硫酸锰溶液：将30 mL浓硫酸缓缓加入70mL水中，冷却后加入30 mL浓磷酸混匀，再加入20 g硫酸锰，待硫酸锰完全溶解后，将溶液转移到200 mL容量瓶中并用去离子水定容。
- A.2.11 0.02 mol/L 高锰酸钾溶液：1.5803 g高锰酸钾定容到500 mL容量瓶。
- A.2.12 体积比1:1的盐酸溶液：100 mL浓盐酸加入100 mL水中。

### A.3 步骤

#### A.3.1 氧化亚铜含量测定

称取0.3 g(精确到0.0001)样品放入锥形瓶中，加入乙腈120 mL，在不断摇动下尽快加入盐酸溶液（A2.12）40 mL，摇动20 秒后快速抽滤。抽滤过程中，量取

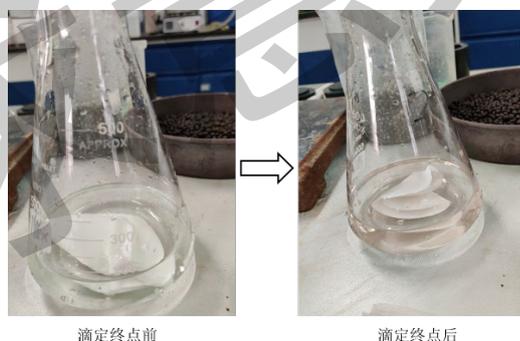
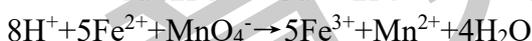
160mL去离子水清洗锥形瓶，将洗后的溶液继续抽滤到抽滤瓶中，用0.02 mol/L高锰酸钾溶液滴定抽滤瓶滤液中的Cu<sup>+</sup>，颜色由无色变微红时为滴定终点，记录消耗的高锰酸钾溶液体积。每1 mL 0.02 mol/L 高锰酸钾相当于0.007155 g氧化亚铜，得氧化亚铜含量。



图A.1 氧化亚铜含量测定滴定终点前后溶液颜色变化

### A.3.2 铜含量测定

量取20 mL氯化铁溶液加入到上述装有乙腈浸取后沉积物的漏斗里，待氯化铁溶液完全流入锥形瓶后，将滤纸转移到锥形瓶中，并用少量去离子水清洗漏斗，然后在50℃水浴中搅拌5分钟使沉积物溶于氯化铁溶液。冷却后加入硫酸锰溶液20 mL、水100 mL稀释，用0.02 mol/L高锰酸钾溶液滴定Fe<sup>2+</sup>。颜色由无色变微红时为滴定终点，记录消耗的高锰酸钾溶液体积。每1 mL 0.02 mol/L 高锰酸钾相当于0.003178 g铜，得铜含量。



图A.2 铜含量测定滴定终点前后溶液颜色变化

### A.3.3 氧化铜含量测定

氧化铜的含量为100%减去氧化亚铜和铜的百分含量。

### A.4 分析结果的计算

按式(A.1)计算氧化亚铜的含量C(Cu<sub>2</sub>O)，式(A.2)计算铜的含量C(Cu)，式(A.3)计算铜的含量C(CuO)，数值以%表示：

$$C(\text{Cu}_2\text{O}) = \frac{V_1 \times 0.007155}{m} \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

$$C(\text{Cu}) = \frac{V_2 \times 0.003178}{m} \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

$$C(\text{CuO}) = 100\% - C(\text{Cu}) - C(\text{Cu}_2\text{O}) \cdots \cdots \cdots (\text{A.3})$$

式中：

$V_1$ —测试氧化亚铜含量时消耗的高锰酸钾体积，单位为毫升（mL）；

$V_2$ —测试铜含量时消耗的高锰酸钾体积，单位为毫升（mL）；

$m$ —样品实际质量，单位为克（g）。

所得结果表示至小数点后第二位。

#### A.5 平行测定

平行测试三次，测试样品的三元组分含量相对差值不超过1.0%，最终结果取三次测试的平均值。

征求意见见稿

## 附录二 产品验证报告

### 1、安徽旭晶催化剂科技有限公司



共 1 页 本页为第 01 页

甘肃精普检测科技有限公司  
Gansu Jingpu Testing Technology  
样品检测报告 Co., Ltd.

Form of Analytical Results

委托单位 (Client): 安徽旭晶催化剂科技有限公司  
样品名称 (Sample): 10#  
样品状态 (Status): 固体  
检测方法 (Method): JY/T 0567-2020  
GB/T 1479.1-2011(AD)  
重量法 (H<sub>2</sub>O)  
三元铜: 客户提供

样品接受日期 (Date): 2023-06-13  
结果报告日期 (Date): 2023-06-13  
样品个数 (Quantity): 1



委托编号 10#  
样品编号 A1230605529

检测项目 (Element) 及检测结果 (%)

序号	元素	结果	序号	元素	结果
1	Al	0.0034	2	Fe	0.0016
3	Ni	<0.001	4	P	0.40
5	Pb	0.0004	6	Sn	0.062
7	Zn	1.38	8	Sb	0.0002
9	AD	1.75	10	H <sub>2</sub> O	0.07
11	金属铜	5.31	12	氧化铜	19.28
13	氧化亚铜	75.41			

备注:

分析: 张明、郭晶宋 复核: 王玮 签发: 吴璋

- 注: 1 如对本报告有疑问, 请于收到报告后 15 天内提出。  
2 本报告只对委托之试样负责。  
3 本报告不作仲裁之用。  
4 如无事先说明, 一般情况固体样品保存期 3 个月, 液体样品为 3 天。



## 检测报告

编号: SHAEC23008047001

日期: 2023年06月16日

第1页, 共4页

客户名称: 安徽旭晶粉体新材料科技有限公司  
客户地址: 安徽省铜陵金桥工业园金盛路2号

样品名称: 铜粉  
以上样品及信息由客户提供。

SGS 工作编号: TIC1020230609210504ZDBO  
样品接收时间: 2023年06月12日  
检测周期: 2023年06月12日 ~ 2023年06月16日  
检测要求: 根据客户要求检测。  
检测方法: 见后续页。  
检测结果: 见后续页。

检测要求	结论
元素	见检测结果

通标标准技术服务(上海)有限公司  
授权签名

盛雯舒

Sue Sheng 盛雯舒  
批准签署人

scan to see the report



1EE02F01



Unless otherwise agreed in writing, this document is issued by the Company subject to its General Conditions of Service printed overleaf, available on request or accessible at <http://www.sgs.com/en/Terms-and-Conditions.aspx> and, for electronic format documents, subject to Terms and Conditions for Electronic Documents at <http://www.sgs.com/en/Terms-and-Conditions/Terms-e-Documents.aspx>. Attention is drawn to the limitation of liability, indemnification and jurisdiction issues defined therein. Any holder of this document is advised that information contained hereon reflects the Company's findings at the time of its intervention only and within the limits of Client's instructions, if any. The Company's sole responsibility is to its Client and this document does not exonerate parties to a transaction from exercising all their rights and obligations under the transaction documents. This document cannot be reproduced except in full, without prior written approval of the Company. Any unauthorized alteration, forgery or falsification of the content or appearance of this document is unlawful and offenders may be prosecuted to the fullest extent of the law. Unless otherwise stated the results shown in this test report refer only to the sample(s) tested.

Attention: To check the authenticity of testing/inspection report & certificate, please contact us at telephone: (86-755) 8307 1443, or email: [CN.Doccheck@sgs.com](mailto:CN.Doccheck@sgs.com)

SGS-CSTC (China) Technical Services (Shanghai) Co., Ltd.  
Testing Center - China

3<sup>rd</sup> Building No.889 Yishan Road Xuhui District, Shanghai China 200233  
中国·上海·徐汇区宜山路889号3号楼 邮编: 200233

T&E (86-21) 61402553 F&E (86-21) 64953679 www.sgs.com

IHL (86-21) 61402594 FHL (86-21) 61156899 e [sgs.china@sgs.com](mailto:sgs.china@sgs.com)

Member of the SGS Group (SGS SA)

# 检测报告

编号: SHAEC23008047001

日期: 2023年06月16日

第2页, 共4页

## 检测结果:

检测部件外观描述:

样品序号	样品编号	SGS 样品 ID	样品描述
SN1	A1	SHA23-0080470-0001.C001	黑色粉末

备注:

- (1) 1 mg/kg = 1 ppm = 0.0001%
- (2) MDL= 方法检测限
- (3) ND = 未检出(< MDL)
- (4) "-" = 未规定

## 元素

检测方法: 参考 US EPA 3052:1996, 采用 ICP-OES/AAS 进行分析。

检测项目	单位	MDL	A1
铅(Pb)	mg/kg	2	ND
铝(Al)	mg/kg	5	ND
铁(Fe)	mg/kg	10	37
镍(Ni)	mg/kg	5	ND
磷(P)	mg/kg	20	3135
锑(Sb)	mg/kg	10	ND
锡(Sn)	mg/kg	5	707
锌(Zn)	mg/kg	5	13101

除非另有说明, 参照 ILAC-G8:09/2019, 使用简单接受 (w=0) 的二元判定规则进行符合性判定。  
 除非另有说明, 此报告结果仅对检测的样品负责。本报告未经本公司书面许可, 不可部分复制。  
 检测报告仅用于客户科研、教学、内部质量控制、产品研发等目的, 仅供内部参考。



Unless otherwise agreed in writing, this document is issued by the Company subject to its General Conditions of Service printed overleaf, available on request or accessible at <http://www.sgs.com/en/Terms-and-Conditions.aspx> and, for electronic format documents, subject to Terms and Conditions for Electronic Documents at <http://www.sgs.com/en/Terms-and-Conditions/Terms-e-Documents.aspx>. Attention is drawn to the limitation of liability, indemnification and jurisdiction issues defined therein. Any holder of this document is advised that information contained hereon reflects the Company's findings at the time of its intervention only and within the limits of Client's instructions, if any. The Company's sole responsibility is to its Client and this document does not exonerate parties to a transaction from exercising all their rights and obligations under the transaction documents. This document cannot be reproduced except in full, without prior written approval of the Company. Any unauthorized alteration, forgery or falsification of the content or appearance of this document is unlawful and offenders may be prosecuted to the fullest extent of the law. Unless otherwise stated the results shown in this test report refer only to the sample(s) tested.

Attention: To check the authenticity of testing/inspection report & certificate, please contact us at telephone: (86-755) 8307 1443, or email: [CN.Doccheck@sgs.com](mailto:CN.Doccheck@sgs.com)

SGS-CSI (China) Technical Services (Shanghai) Co., Ltd.  
 Testing Center (China) (Shanghai)

3<sup>rd</sup> Building No.889 Yishan Road Xuhui District, Shanghai China 200233  
 中国·上海·徐汇区宜山路889号3号楼 邮编: 200233

t E&E (86-21) 61402553 f E&E (86-21) 64963679 www.sgs.com.cn  
 t HL (86-21) 61402594 f HL (86-21) 61156899 e sgs.china@sgs.com

Member of the SGS Group (SGS SA)

表 1 安徽旭晶催化剂科技有限公司三元铜催化剂粒度分布验证试验结果

样品编号	粒度分布	
	D50 ( $\mu\text{m}$ )	D90 ( $\mu\text{m}$ )
143	17.86	35.02
144	18.96	37.84

征求意见稿

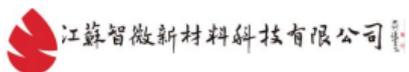
## 2、江西蓝星星火有机硅有限公司

表 1 江西蓝星星火有机硅有限公司三元铜催化剂粒度分布验证试验结果

粒度分布			
样品来源	样品编号	D50 (μm)	D90 (μm)
江西蓝星星火有机硅有限公司	139	13.28	31.27
	140	13.54	34.00
	141	15.47	36.82
	142	11.15	21.79
安徽旭晶催化剂科技有限公司	1	13.77	30.48
	2	14.41	30.94

经验证，不同批次产品粒度分布的验证试验结果与标准中所设范围相符，认为该方法可行。

### 3、江苏智微新材料科技有限公司



## 三元组分含量测定验证报告

按照细化后的实验方法，对二甲基二氯硅烷合成用的三元铜催化剂中金属铜、氧化亚铜和氧化铜的含量进行测定。

### 1. 氧化亚铜含量滴定结果

表 1：同一催化剂样品平行滴定三次氧化亚铜含量测定结果

实验编号	高锰酸钾体积 (ml)	氧化亚铜含量 (%)
1	30.06	71.7
2	30.56	72.9
3	30.44	72.6
平均值	30.36	72.4



图 1：依据测定方法进行氧化亚铜含量测定，滴定终点前后照片。（图左）滴定终点前；（图右）滴定终点后。

### 2. 铜含量滴定结果

表 2：同一催化剂样品平行滴定三次铜含量测定结果

实验编号	高锰酸钾体积 (ml)	铜含量 (%)
1	6.51	6.9
2	6.89	7.3
3	6.70	6.9
平均值	6.70	7.1



图 2：依据测定方法进行铜含量测定，滴定终点前后照片。（图左）滴定终点前；（图右）滴定终点后。

### 3. 氧化铜含量结果

表3：同一催化剂样品根据氧化亚铜和铜含量计算得三次氧化铜含量结果

实验编号	氧化亚铜含量 (%)	铜含量 (%)	氧化铜含量 (%)
1	71.7	6.9	21.40
2	72.9	7.3	19.80
3	72.6	6.9	20.50
平均值	72.4	7.1	20.57

注：氧化铜的含量为100%减去氧化亚铜和铜的百分含量

### 4. 结论

按照细化后的实验方法，对同一个三元铜催化剂样品平行测试三次，测试样品的三元组分含量相对差值不超过1.0%，在标准提到的误差范围内。经验证，认为该方法可行。

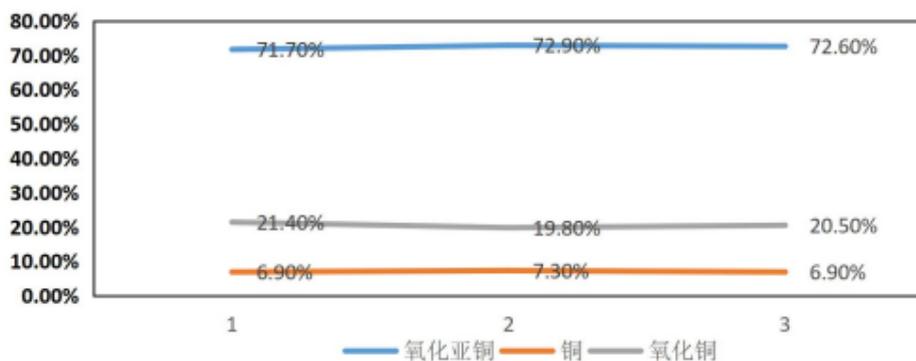


图 3：同一催化剂样品中氧化亚铜、铜、氧化铜含量平行测定三次的实验结果

#### 4、北京有研粉末新材料研究院有限公司



### 三元组分含量测定验证报告

按照细化后的实验方法，对二甲基二氯硅烷合成用的三元铜催化剂中金属铜、氧化亚铜和氧化铜的含量进行测定。

#### 1. 氧化亚铜含量滴定结果

表 1：同一催化剂样品平行滴定三次氧化亚铜含量测定结果

实验编号	高锰酸钾体积 (ml)	氧化亚铜含量 (%)
1	34.9	83.24
2	34.8	83.00
3	35.2	83.95
平均值	34.97	83.40

#### 2. 铜含量滴定结果

表 2：同一催化剂样品平行滴定三次铜含量测定结果

实验编号	高锰酸钾体积 (ml)	铜含量 (%)
1	2.5	2.65
2	2.5	2.65
3	2.6	2.75
平均值	2.53	2.68

#### 3. 结论

按照细化后的实验方法，对同一个三元铜催化剂样品平行测试三次，测试样品的三元组分含量相对差值不超过1.0%，在标准提到的误差范围内。经验证，认为该方法可行。

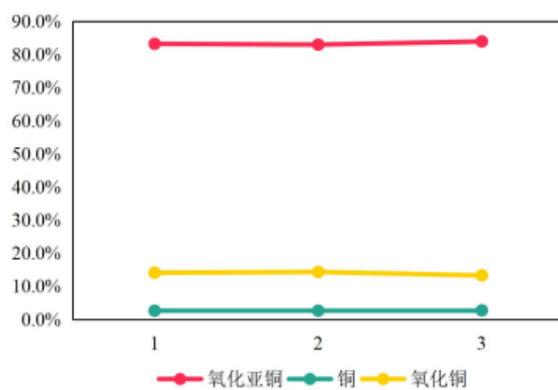


图 1 同一催化剂样品中氧化亚铜、铜、氧化铜含量平行测定三次的实验结果

征求意见稿