

ICS 13.030.50
CCS Z 70

团 体 标 准

T/ ZJERA 009-2025

回收三丁基氧化锡

Recycled tributyltin oxide

2025 - 10 - 14 发布

2025 - 10 - 14 实施

浙江省生态环境与辐射防治协会

发布

目次

前 言	III
1 适用范围	1
2 规范性引用文件	1
3 产品要求	1
4 试验方法	2
5 检验规则	2
6 标志、包装、运输和贮存	3
7 危险性说明	3
附 录 A	4
附 录 B	7

前 言

本文件按照GB/T1.1 -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》、T/CAS1.1-2017《团体标准的结构和编写指南》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。

本文件由浙江华海药业股份有限公司提出。

本文件由浙江省生态环境与辐射防治协会归口。

本文件起草单位：浙江省生态环境与辐射防治协会、浙江华海药业股份有限公司、嘉兴同济环境研究院、台州学院、浙江华海立诚药业有限公司、贵州名泰化工科技有限公司。

本文件主要起草人：何伟、许兴中、姚俊、陈敦渊、苏娅丽、尹学长、胡佳兴、叶侠、陈泽楷。

本文件为首次发布。

回收三丁基氧化锡

1 适用范围

本文件适用于以抗高血压药物沙坦类药品生产过程中上四氮唑合成工序（以二甲苯为溶剂）产生的含三丁基氧化锡分层有机相为原料，经蒸馏、除杂工艺处理后得到的三丁基氧化锡二甲苯溶液。

本文件所指的回收三丁基氧化锡产品定向用于沙坦类催化剂三丁基氯化锡的生产。

本文件规定了回收三丁基氧化锡的产品要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存和危险性说明等要求。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本文件的引用而成为本文件的条款，凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本文件。

GB/T 191 包装储运图标志

GB/T 191 包装储运图示标志

GB/T 27611 再生利用品和再制造品通用要求及标识

GB/T 4472 化工产品密度、相对密度的测定

GB/T 6283 化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）（ISO 760：1978，NEQ）

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（eqv ISO 3696：1987）

3 产品要求

3.1 回收三丁基氧化锡的外观为淡粉色至淡红色液体，无机械杂质。

3.2 回收三丁基氧化锡应符合表1所示的技术要求。

表1 技术要求

项目	指标
三丁基氧化锡，w%	≥ 70
二甲苯，w%	≤ 20
密度(20℃)/kg/m ³	1100
水分，w%	≤ 4
坎地环合物，w%	≤ 3
坎地乙酯，w%	≤ 1.5
坎地酮，w%	≤ 1.5
注：生产商应用户要求提供可能存在的其他杂质的信息，必要时提供其他杂质含量数据。	

4 试验方法

4.1 警示

试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况，操作者应采取适当的安全和防护措施。

4.2 一般规定

本文件所用的试剂和水，在没有注明其他要求时均指分析纯试剂和GB/T 6682中规定的三级水。

4.3 外观的测定

取适量实验样品于比色管中，在自然光或荧光灯下，采用目视法。

4.4 密度的测定

按 GB/T 4472 的规定进行。

4.5 水分含量的测定

按 GB/T 6283 的规定进行。

4.6 三丁基氧化锡、二甲苯的测定

按 附录A 的测定方法进行。

4.7 坎地环合物、坎地乙酯、坎地酮的测定

按 附录B 的测定方法进行。

5 检验规则

5.1 要求

产品由生产厂家的质量检验部门进行检验，生产厂家应保证每批出厂产品都符合本文件的要求，并附有产品质量证明书，内容包括：生产厂家名称和厂址、产品名称、产品等级、日期或批号、净含量和本文件编号等。

5.2 批次

在原材料、工艺不变的条件下，以同等质量的均匀产品为一批。桶装产品以不大于 5 吨为一批，或以一贮槽、一槽罐的产品量为一批。

5.3 采样

按 GB/T6678 和 GB/T6680 的要求进行采样。

5.4 检验类型

分为出厂检验和型式检验。

5.4.1 出厂检验

出厂检验项目包括外观、三丁基氧化锡含量、二甲苯含量，应逐批检验。

5.4.2 型式检验

技术要求中规定的所有指标项目为型式检验项目。在正常生产情况下，每半年至少进行一次型式检验。有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 主要生产设备及工艺发生变化，可能影响产品质量时；
- b) 停产三个月及以上又恢复生产；
- c) 与上次型式检验有较大差异；
- d) 行业主管部门要求或合同规定。

5.5 达标判定

检验结果如有任何一项指标不合格时，则应重新自两倍的采样单元中采样进行检验。重新检验的结果即使只有一项指标不合格，则判定整批产品为不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

包装容器应有牢固、清晰的标志，并符合 GB/T 27611、GB/T 191 要求，其内容包括：生产厂家名称、厂址、产品名称、商标、本文件编号、工业产品生产许可证编号、生产日期、批号、净含量、再生品标志以及符合 GB190 规定的易燃液体标志。

6.2 包装

包装应采用桶、槽车或罐车，或采用按供需双方协商并符合安全规定的包装。

6.3 运输

装卸、运输时应避免静电火花产生，搬运时应避免直接吸入，不可与皮肤直接接触。

6.4 贮存

回收三丁基氧化锡贮存应保持容器密闭，贮存在清洁、阴凉、干燥、远离火源的库房内，防止日晒、雨淋。库房应配置良好的通风或排气装置，室内温度应控制在 30℃以下，相对湿度应控制在 50%以下。

6.5 保质期

在符合本文件包装、运输和贮存的条件下，自生产之日起保质期为 12 个月。

7 危险性说明

回收三丁基氧化锡遇明火、高温可燃烧或发生爆炸，具有一定的生物毒性，接触或使用，应配戴必要的防护用品。当皮肤接触时，应用肥皂水和清水彻底冲洗皮肤 15 分钟以上，眼睛接触时，提起眼睑，用流动清水或生理盐水冲洗，及时就医。产品对水生生物毒性极大并具有长期持续影响，泄露情况下用惰性吸附材料吸收，不得冲入地表水或污水排放系统。防止泄漏物污染地下水系统。产品实际生产阶段，应根据化学品技术说明书落实具体控制措施。

附录 A

(规范性附录)

三丁基氧化锡、二甲苯含量的测定——气相色谱法

A.1 试剂和材料

A.1.1 载气：氮气，纯度 $\geq 99.995\%$ 。

A.2 仪器设备

A.2.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器及程序升温控制器。

A.2.2 色谱柱：(5%-苯基)-甲基聚硅氧烷为固定液的毛细管柱。

注：其他满足检验要求的色谱柱也可使用。

A.2.3 进样器：微量注射器，10 μ L。

A.3 气相色谱测试条件

A.3.1 色谱柱：(5%-苯基)-甲基聚硅氧烷为固定液的毛细管柱，30m $\times$ 0.25mm $\times$ 0.25 μ m

A.3.2 进样口温度：300 $^{\circ}$ C。

A.3.3 检测器温度：310 $^{\circ}$ C。

A.3.4 分流比：50:1。

A.3.5 柱温：程序升温，80 $^{\circ}$ C保持2 min，然后以20 $^{\circ}$ C/min升至300 $^{\circ}$ C并保持10 min。

A.3.6 载气：氮气，流速1.0mL/min。

注：也可根据所用气相色谱仪的性能、色谱柱类型及待测试样的实际情况选择最佳的气相色谱测试条件。

A.4 测试步骤

A.4.1 进样方式：样品溶液原液进样

A.4.2 样品分析：将样品原液装入进样小瓶中，注入1 μ l于色谱仪中，记录色谱图。

A.4.3 计算方式：以面积归一化法计算。

A.4.4 主成分及杂质参考保留时间：

表1 参考保留时间

峰名称	保留时间(min)	相对保留时间 RRT
三丁基氧化锡	12.602	1
二甲苯 (I)	3.448	0.27
二甲苯 (II)	3.450	0.27
二甲苯 (III)	3.656	0.29

表2 检测限与定量限

峰名称	检测限	定量限
二甲苯	0.01%	0.02%

备注：参考图谱中邻二甲苯、间二甲苯及对二甲苯分开配制，因间二甲苯及对二甲苯未能完全分离且三种二甲苯响应无差别，故以邻二甲苯的检测限与定量限作为二甲苯的检测限与定量限。

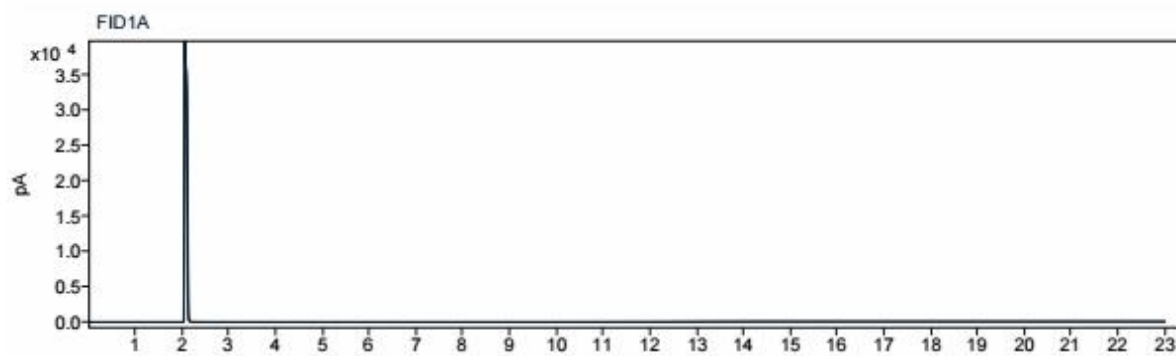
A.5 精密度

A.5.1 重复性：同一操作者两次测试结果的相对偏差小于 20%。

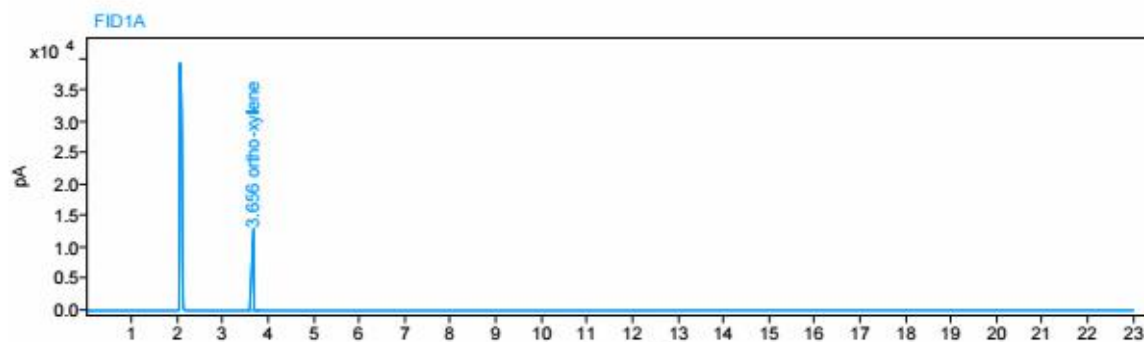
A.5.2 再现性：不同试验室间测试结果的相对偏差小于 33%。

A.6 参考图谱

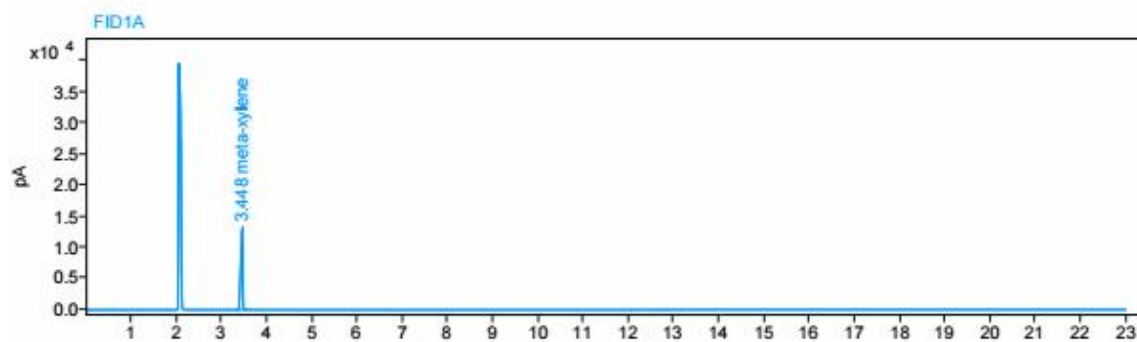
空白溶液



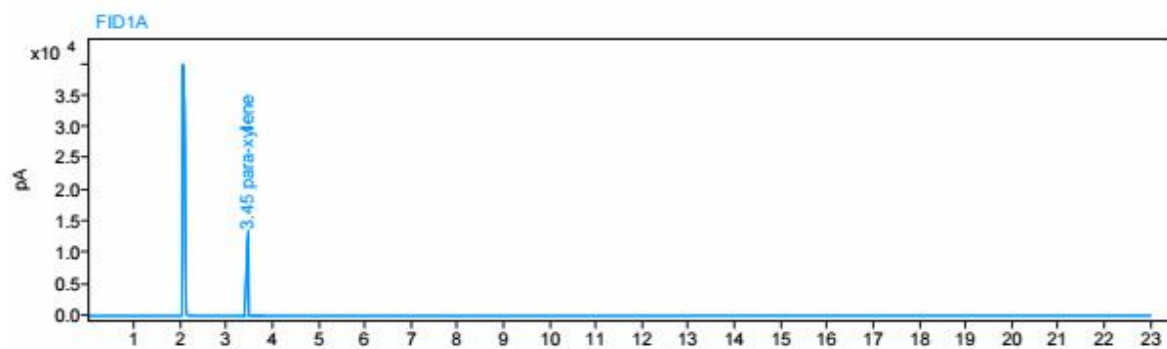
邻二甲苯定位溶液



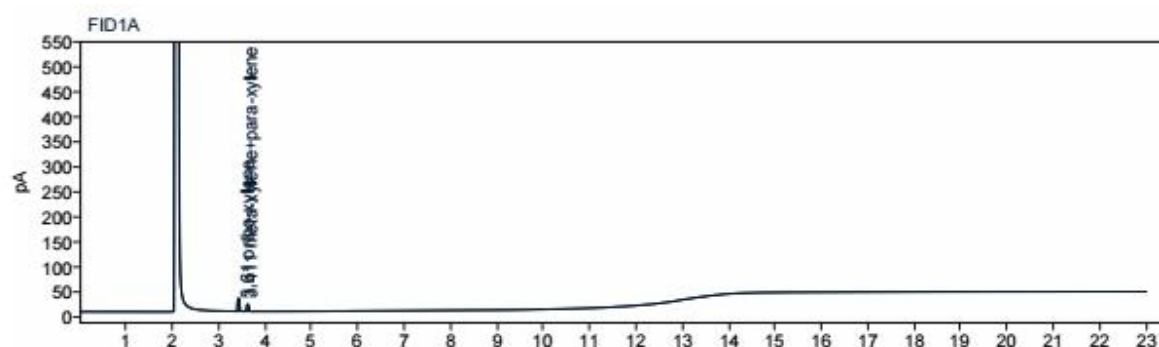
间二甲苯定位溶液



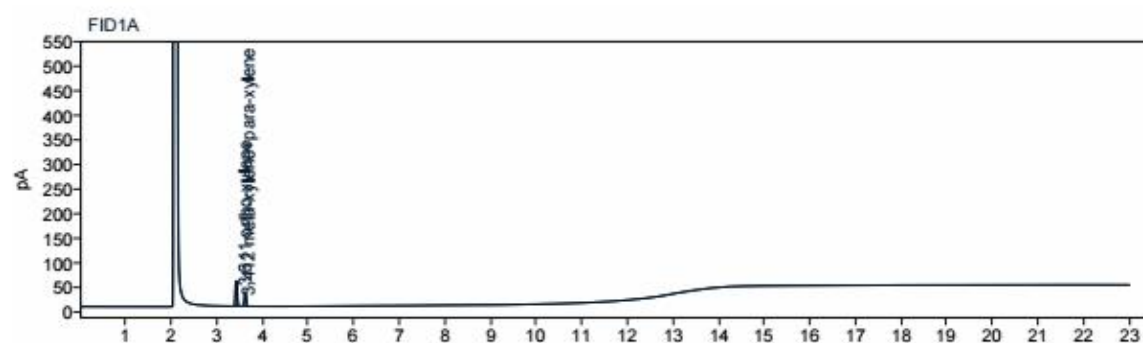
对二甲苯定位溶液



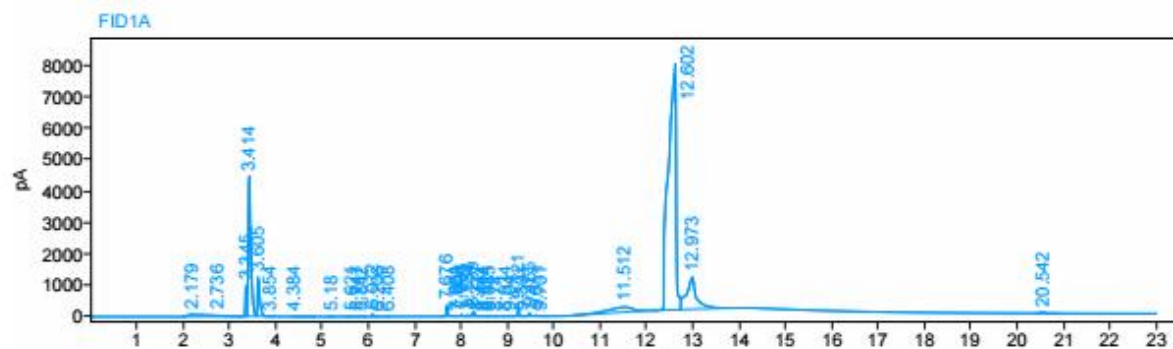
检测限溶液



定量限溶液



供试品溶液



附录 B

(规范性附录)

坎地环合物、坎地乙酯、坎地酮的测定——液相色谱法

B.1 试剂和材料

B.1.1 水：符合 GB/T 33087-2016 中仪器分析用高纯水的要求。

B.1.2 乙腈：色谱纯。

B.1.3 甲酸：色谱纯。

B.1.4 四氢呋喃：色谱纯。

B.2 仪器设备

B.2.1 高效液相色谱仪：配有紫外检测器。

B.2.2 色谱柱：用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂的色谱柱，Waters CORTECS C18，100mm×4.6mm×2.7μm。

注：其他满足检验要求的色谱柱也可使用。

B.2.3 容量瓶：10mL 和 20mL，具有可密封的瓶盖。

B.2.4 移液管：2 mL。

B.2.5 进样瓶：2mL，具有可密封的瓶盖。

B.2.6 天平：实际分度值 $d=0.01$ mg。

B.3 液相色谱测试条件

B.3.1 色谱柱：用十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂的色谱柱，Waters CORTECS C18，100mm×4.6mm×2.7μm。

B.3.2 流动相 A：0.1%甲酸水溶，流动相 B：乙腈。

B.3.3 梯度表：

时间 (min)	流动相 A% (V/V)	流动相 B% (V/V)
0	80	20
5	80	20
20	20	80
25	20	80
26	80	20
30	80	20

B.3.4 流速：1.0mL/min

B.3.5 柱温：40℃

B.3.6 进样量：10μl

B.3.7 检测波长：254nm

B.4 测试步骤

B.4.1 溶液配制

B.4.1.1 稀释液：四氢呋喃：乙腈=10:90 (V/V%)

B.4.1.2 样品溶液：取样品约 20mg，精密称定，置 20mL 容量瓶中，用稀释液溶解并定容至刻度，混匀。

B.4.1.3 对照品溶液：取坎地环合物对照品约 20mg，精密称定，置 20mL 容量瓶中，再移取该溶液 2mL

于 100mL 容量瓶中，用稀释液定容至刻度，混匀。

B.4.2 进样方式：将样品溶液和对照品溶液装入进样小瓶中，分别注入 10 μ l 于液相色谱仪中，记录色谱图。

B.4.3 计算方式：以外标法计算，计算公式如下：

$$\text{物质的含量(\%)} = \frac{A_i \times C_r}{A_r \times C_i} \times 100\%$$

其中：A_i 为样品溶液中物质的峰面积；

C_r 为对照品溶液中坎地环合物的浓度(mg/mL)；

A_r 为对照品溶液中坎地环合物的峰面积；

C_i 为样品溶液的浓度(mg/mL)；

*注：考虑到坎地环合物、坎地乙酯、坎地酮特征发色团基本一致，响应相当，且坎地环合物的对照品比较容易获得，故均采用坎地环合物作为对照物外标 3 个物质。

B.4.4 主成分及杂质参考保留时间

表 1 参考保留时间

峰名称	保留时间(min)	相对保留时间 RRT
坎地乙酯	14.753	0.82
坎地酮	16.265	0.91
坎地环合物	17.949	1

表 2 检测限与定量限

峰名称	检测限	定量限
坎地乙酯	0.02%	0.05%
坎地酮	0.02%	0.05%
坎地环合物	0.02%	0.05%

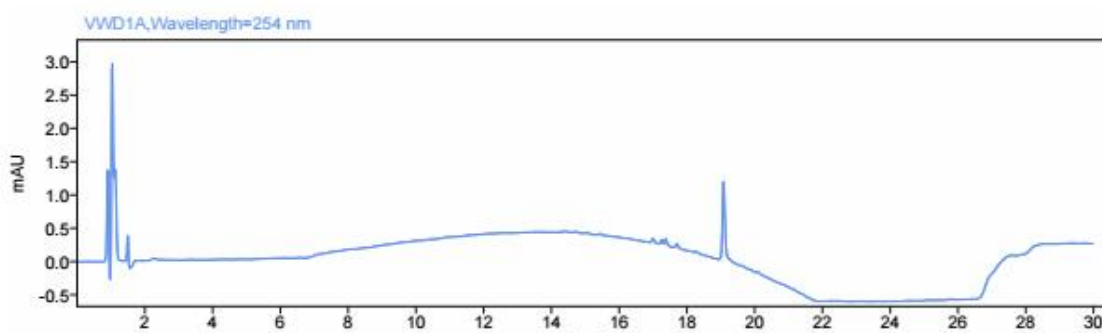
B.5 精密度

B.5.1 重复性：同一操作者两次测试结果的相对偏差小于 20%。

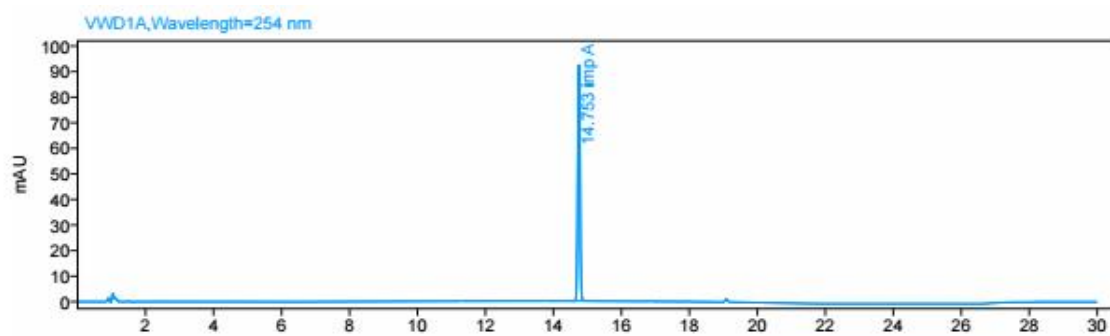
B.5.2 再现性：不同试验室间测试结果的相对偏差小于 33%。

B.6 参考图谱

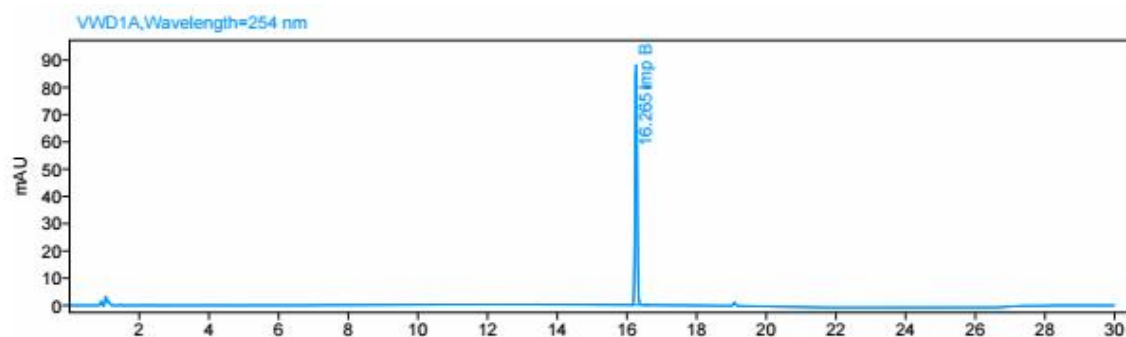
空白溶液



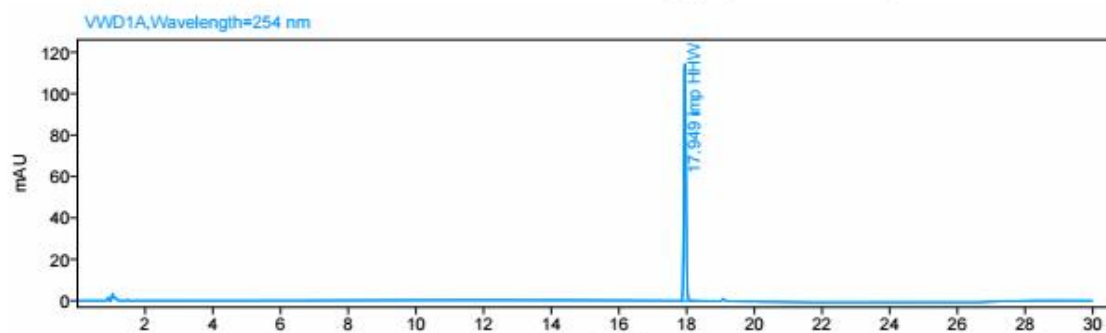
坎地酯定位溶液



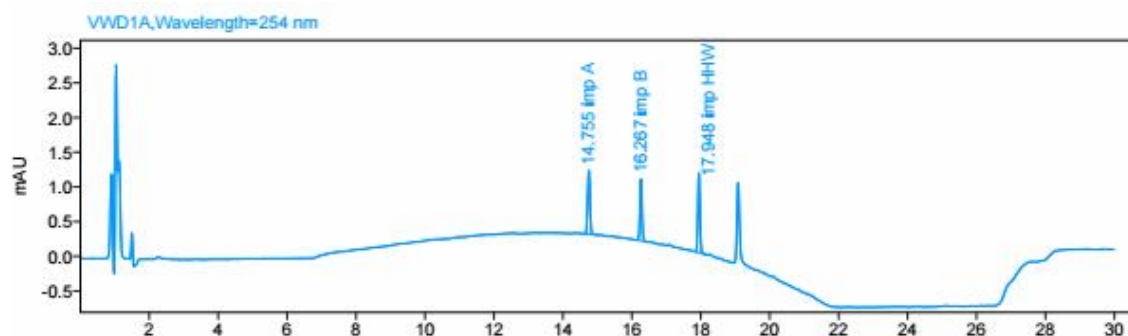
坎地酮定位溶液



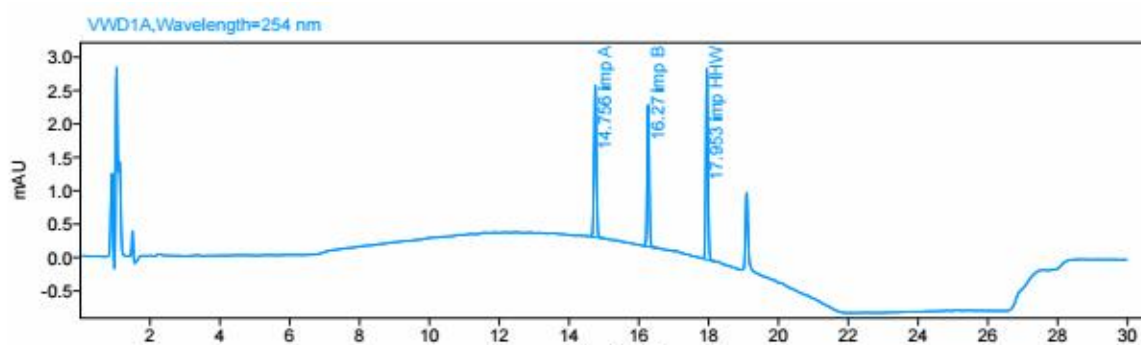
坎地环合物定位溶液



检测限溶液



定量限溶液



供试品溶液

