

团 体 标 准

T/SDEPI XXX-2021

苯酚残液回收工业用 α -甲基苯乙烯

α -methyl styrene which recycled from phenol of residual liquid

(征求意见稿)

2021-XX-XX 发布

2021-XX-XX 实施

山东省环境保护产业协会 发布

目 次

前 言.....	11
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 原料及流程.....	2
4 要求.....	2
5 试验方法.....	2
6 检验规则.....	4
7 标志、包装和运输、贮存.....	5
附 录 A.....	6
附 录 B.....	7

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由山东省环境保护产业协会提出并归口。

本标准起草单位：乐陵力维化学品有限责任公司、山东省环境保护产业协会、山东远控化工集团有限公司、德州学院化学化工学院。

本标准主要起草人：赵启龙、王志刚、王芳、李玉美、XXXXXXXXXXXX。

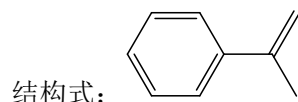
苯酚残液回收工业用 α -甲基苯乙烯

警示——本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了苯酚残液回收工业用 α -甲基苯乙烯的原料及流程、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装和运输、贮存。

本标准适用于以《国家危险废物名录》中规定的苯酚残液类的危险废物为原料，通过精馏工艺回收的工业用 α -甲基苯乙烯，通过精馏或蒸馏工艺，以其他含有 α -甲基苯乙烯的精（蒸）馏残液（渣）生产的工业用 α -甲基苯乙烯也可参照执行本标准。



分子式： C_9H_{10} 。

相对分子量：118.18（按2016年国际相对原子质量）。

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 190 危险货物包装标志

GB 12463 危险货物运输包装通用技术条件

GB 30000.18-2013 化学品分类和标签规范 第18部分：急性毒性

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

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定

GB/T 9722 化学试剂 气相色谱法通则

《国家危险废物名录》

3 原料及流程

3.1 原料

苯酚残液，又称苯酚焦油，是指《国家危险废物名录》中规定的异丙苯法生产苯酚和丙酮过程中产生的重馏分或其它精（蒸）馏过程或在苯酚溶剂使用过程中产生的含苯酚类残液（渣），同时会含有 α -甲基苯乙烯、异丙苯、苯乙酮以及茛和氧茛及其衍生物等一种或多种有机组分的混合残液（渣）。原料中的苯酚含量不小于10%，水分含量应小于10%。用于生产 α -甲基苯乙烯时， α -甲基苯乙烯含量应不小于5%。

3.2 流程

苯酚残液回收工业用 α -甲基苯乙烯提取的工艺原理是通过精馏工艺将苯酚残液中的 α -甲基苯乙烯分离出来。基本工艺流程包括苯酚残液通过一个或多个精馏塔分离出粗 α -甲基苯乙烯（ α -甲基苯乙烯含量： $w\%80\sim95\%$ ），粗 α -甲基苯乙烯再通过精馏塔精馏工艺进行精馏精制进一步分离出工业用 α -甲基苯乙烯产品。

4 要求

苯酚残液回收工业用 α -甲基苯乙烯应符合表 1 的规定。

表 1 技术要求

项目	指标		
	优等品	一等品	合格品
外观	无色透明液体	浅黄色透明液体	浅黄色透明液体
α -甲基苯乙烯, $w\%$	≥ 99.50	99.00	98.50
苯酚, $w\%$	≤ 0.05	0.20	0.50
异丙苯, $w\%$	≤ 0.20	0.30	0.50

5 试验方法

5.1 一般规定

除非另有说明，在分析中仅适用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682的三级水。分析中所用标准滴定溶液、试剂和制品，在没有表明其它要求时，均按GB/T 601、GB/T 603制备。

5.2 外观评定

取适量 α -甲基苯乙烯试样，在室温环境中置于50ml比色管中目测。

5.3 纯度和杂质测定

5.3.1 测试方法：采用气相色谱法，在选定的工作条件下，样品经气化经过色谱柱，使其中各组分分离，用氢火焰离子化检测器检测，采用面积归一法定量。

5.3.2 仪器设备：测定 α -甲基苯乙烯纯度需要以下仪器设备：

- 气相色谱仪，仪器灵敏度和稳定性应符合GB/T 9722中的规定；
- 氢火焰离子化检测器；
- 色谱柱；
- 5 μ L微量注射器；
- 色谱工作站或积分仪。

5.3.3 色谱典型操作应满足表2的要求：

表 2 色谱操作条件

控制参数	操作条件要求
载气	高纯氮气
载气压力	0.5-1MPa
辅助载气	空气发生器 输出流量：0-5000mL/min 输出压力：0.4MPa 氢气发生器 输出流量：0-300mL/min 输出压力：0-0.3MPa
气体流量配比	载气、氢气、空气（1:0.95:10）
色谱柱	Φ 3mm*4m填充柱
进样器温度	140℃
检测器温度	280℃
载气流速	60mL/min
柱温	初始温度90℃保持8min；升温速率8℃/min，最终柱温280℃，保持5min

5.3.4 操作步骤：

- 1) 取样：用5 μ L微量注射器取样品，置换5次。
- 2) 进样：用置换好的微量注射器吸取样品，迅速注入进样器。
- 3) 测定：开启色谱仪。待出峰完毕后，用色谱工作站或积分仪进行结果处理。

5.3.5 结果计算： α -甲基苯乙烯及其杂质苯酚和异丙苯的质量分数 w ，数值以%表示，按式（1）计算：

$$w = \frac{A}{\sum A_i} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A—— α -甲基苯乙烯或苯酚或异丙苯的峰面积；

$\sum A_i$ ——所有组分的峰面积之和。

报告 α -甲基苯乙烯或苯酚或异丙苯质量分数应精确至0.01%。

5.3.6 允许差： α -甲基苯乙烯纯度平行测定结果之差应不大于0.10%，取其算术平均值作为测定结果。

5.3.7 典型色谱图参见附录A。

6 检验规则

6.1 检验分类

6.1.1 第4章中所列项目均为型式检验项目。正常生产情况下，每三个月至少进行一次型式检验。

6.1.2 当出现下列情况时，应当进行型式检验：

- 1) 新产品试制定型鉴定时；
- 2) 正式生产后，原材料或工艺发生变化，可能影响产品性能时；
- 3) 产品装置检修后恢复生产时；
- 4) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- 5) 上级质量监督机构提出进行型式检验要求时。

6.2 组批

在原材料、工艺不变的情况下，按产品罐进行组批。

6.3 采样及检验

采样按GB/T 6678及GB/T 6680的规定进行。所采取的样品总量不得少于200ml。将样品充分混匀后，装于两个清洁、干燥带磨口塞的玻璃瓶中，做检验分析。

6.4 结果判定

产品按照本标准规定的试验方法进行检验，检验结果按GB/T 8170中修约值比较法进行判定。检验结果有一项指标不符合本标准要求时，应在同一产品罐中按GB/T 6678和GB/T 6680规定取样复验，复验的结果有一项指标不符合本标准要求时，则本批 α -甲基苯乙烯为不合格产品。

7 标志、包装和运输、贮存

7.1 标志

每一批出厂的工业用 α -甲基苯乙烯产品都应附有一定格式的质量证明书。内容包括：生产厂名称、产品名称、厂址、标准标号、批号、净重、发货日期、质量等级及本标准规定的各项检验结果。

7.2 包装和运输

应采用清洁、干燥的专用槽车装运，并按GB 190规定标注“易燃液体”标志。运输时应轻取轻放，防止日晒雨淋。接触或搬运产品时，应使用防护用品，防止直接接触皮肤或吸入。

7.3 贮存

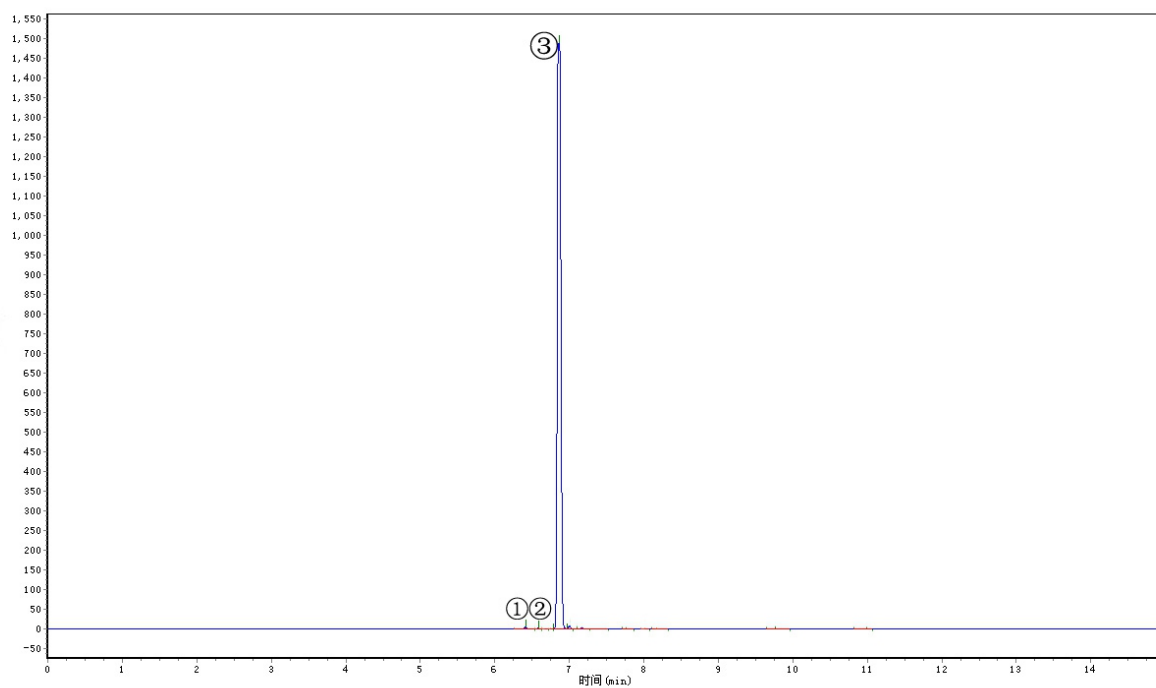
产品应储存于外壁带保温层的内浮顶碳钢或不锈钢储罐，储藏温度不宜超过30℃。应与氧化剂分开存放。应在储罐设置防爆型照明设施。禁止使用易产生火花的机械设备和器具。

附录 A

(资料性)

工业用 α -甲基苯乙烯测定色谱图

工业用 α -甲基苯乙烯测定色谱图如下图：



标引序号说明：

①——异丙苯；

②——苯酚；

③—— α -甲基苯乙烯。

附录 B

(资料性)

安全

B.1危险警告：α-甲基苯乙烯易燃，其蒸气与空气可形成爆炸性混合物，遇明火、高热能一起燃烧爆炸，与氧化剂可发生氧化还原反应。具有刺激性，对皮肤、眼睛和上呼吸道有刺激作用。接触后可引起灼烧感、咳嗽、眩晕、头痛、恶心或呕吐。

B.2安全措施：储存时与氧化剂分离存放，并避免接触明火、高温和静电。泄漏时应及时向上风向疏散人员，切断火源；可用砂土或其他不燃性吸附剂混合吸收，也可用不燃性分散剂的乳液冲洗。着火时应用抗溶性泡沫、干粉、二氧化碳等灭火剂灭火。若不慎触及皮肤，应立即用大量清水冲洗后就医。若不慎眼睛接触，应提起眼睑，用流动清水或生理盐水冲洗后就医。若不慎吸入，应立即脱离现场至空气新鲜处，如呼吸困难，及时输氧，就医。