

# T/SDEPI

团 体 标 准

T/SDEPI XXXX—2021

---

## 回收—有机溶剂稀料

Reclaimed organic solvent thinner

2021 - XX - XX 发布

2021 - XX - XX 实施

---

山东省环境保护产业协会 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。

本文件的某些内容有可能涉及专利。本文件的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

本文件由山东省环境保护产业协会提出并归口。

本文件起草单位：山东鲁岳化工集团有限公司、山东聚发生物科技有限公司、山东省环境保护科学研究设计院有限公司、山东建筑大学、山东省环境保护产业协会。

本文件主要起草人：陈衍军、肖辉、王燕英、孙洪涛、梁腾飞、王永磊、徐沛、李敏、孙秀芹、王东芳。

# 回收—有机溶剂稀料

## 1 范围

本文件规定了回收有机溶剂稀料的原料及生产流程、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于以二氯乙烯、氯乙烯、二氯乙烷生产过程产生的重馏分为原料，经过重整蒸馏制得的回收—有机溶剂稀料，主要用于溶剂、稀料和油脂、橡胶的稀释剂使用。

## 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 190 危险货物包装标志
- GB/T 3723 工业用化学产品采样安全通则
- 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 6680 液体化工产品采样通则
- 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

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 要求

1. 外观：无色或微黄色透明液体，无可见机械杂质。
2. 回收有机溶剂稀料产品应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目		指 标
1,2-二氯乙烷 + 1,1,2-三氯乙烷, w/%	≥	90.0
四氯乙烯, w/%	≤	3.0
氯苯, w/%	≤	1.0
水分, w/%	≤	0.2

## 5 试验方法

警示——使用本文件的人员应有实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有的安全问题。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的规定。

## 1. 外观的测定

取试样50mL注入具塞比色管中，在日光或其他没有色彩偏差的人造光线下目视观察。

## 2. 纯度及杂质含量的测定

### 1. 方法提要

在选定的工作条件下，样品经气化通过毛细管色谱柱，使其中各组分分离，用氢火焰离子化检测器检测。采用面积归一化法计算各组分的含量，用测得的水分含量进行校正，得出纯度及杂质的含量。

### 2. 试剂

1. 氮气：体积分数不低于99.99%，经硅胶与分子筛干燥、净化。
2. 氢气：体积分数不低于99.99%，经硅胶与分子筛干燥、净化。
3. 空气：经硅胶与分子筛干燥、净化。

### 3. 仪器

1. 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器，整机灵敏度和稳定性符合GB/T 9722的有关规定。
2. 记录装置：色谱工作站。
3. 进样器：1 $\mu$ L微量注射器或自动进样器。

### 4. 色谱柱及典型操作条件

本文件推荐的色谱柱及色谱操作条件见表2，能达到同等分离程度的其他色谱柱及操作条件也可采用。典型色谱图参见附录A中图A.1，相对保留时间参见附录A中表A.1。

表2 推荐的色谱柱和色谱操作条件

项 目	操 作 参 数
固定相	5%苯基-95%甲基聚硅氧烷
柱长×柱内径×膜厚	30m×0.32mm×0.25 $\mu$ m
柱箱温度	初始温度40 $^{\circ}$ C，保持15min，以20 $^{\circ}$ C/min升温至220 $^{\circ}$ C，保持5min
汽化室温度/ $^{\circ}$ C	230
检测器温度/ $^{\circ}$ C	250
柱流量/(mL/min)	2.0
分流比	60:1
进样量/ $\mu$ L	0.6

## 5. 分析步骤

根据仪器操作说明书，在色谱仪中安装并老化色谱柱。然后调节仪器至表2所示的操作条件，待仪器稳定后即可开始测定。用微量注射器移取0.6 $\mu$ L试样，按表2规定的条件进行分析，用色谱工作站处理计算结果。

## 6. 结果的表述与计算

各组分的质量分数 $w_i$ ，按式(1)计算：

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times (100\% - w_{\text{水}}) \quad (1)$$

式中：

$w_i$ —各组分的质量分数，以%表示；

$A_i$ —试样中待测组分的峰面积；

$\sum A_i$ —试样中各组分的峰面积之和；

$w_{\text{水}}$ —按本文件6.3测得水分的质量分数，以%表示。

### 5.2.7 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果。1,2-二氯乙烷和1,1,2-三氯乙烷两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%，其它杂质两次平行测定结果的绝对差值不大于0.05%。

### 5.3 水分的测定

按GB/T 6283规定的方法进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.01%。

## 6 检验规则

1. 本文件中第5章规定的所有项目均为出厂检验项目，应逐批检验。
2. 在原材料、工艺不变的条件下，产品连续生产的实际批为一组批。
3. 采样按GB/T 3723、GB/T 6678和GB/T 6680的规定进行，所采试样总量不得少于500mL。将样品充分混匀后，分装于两个清洁、干燥、带磨口塞的玻璃瓶中，贴上标签，注明生产厂名称、产品名称、批号、采样日期和采样者，一瓶供分析检验用，另一瓶保存、备查。
4. 检验结果的判定应按GB/T 8170中修约值比较法的规定进行。检验结果中如有一项指标不符合本文件的要求时，桶装产品应重新自两倍量的包装单元中采样进行检验，罐装产品应重新多点采样进行检验。重新检验的结果即使只有一项指标不符合标准要求，则整批产品为不合格。

## 7 标志、包装、运输和贮存

### 1. 标志

1. 产品包装容器上应有牢固、清晰的标志，其内容包括：
  - a) 产品名称；
  - b) 生产厂名称、厂址；
  - c) 批号或生产日期；
  - d) 净含量；
  - e) 本文件编号；
  - f) GB 190中规定的“易燃液体”和“毒性物质”标志。
2. 每批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书，内容包括：
  - a) 生产厂名称；
  - b) 厂址；
  - c) 产品名称；
  - d) 产品批号或生产日期；
  - e) 产品检验结果或检验结论；
  - f) 本文件编号。

### 7.2 包装

产品采用清洁干燥的槽罐车或塑料桶包装。也可用经国家有关部门认可的，能确保安全的其他容器包装、灌装，并按该容器的有关安全监察、管理规定执行。

### 3. 运输

产品运输、装卸工作中必须按照危险货物运输规定进行。运输中应避免破损，防暴晒、雨淋，防高温；中途停留时应远离火种、热源、高温区；装运车辆排气管必须配备阻火装置。

### 4. 贮存

产品应存放于阴凉通风处，避免日晒，远离火种、热源及氧化性物质。

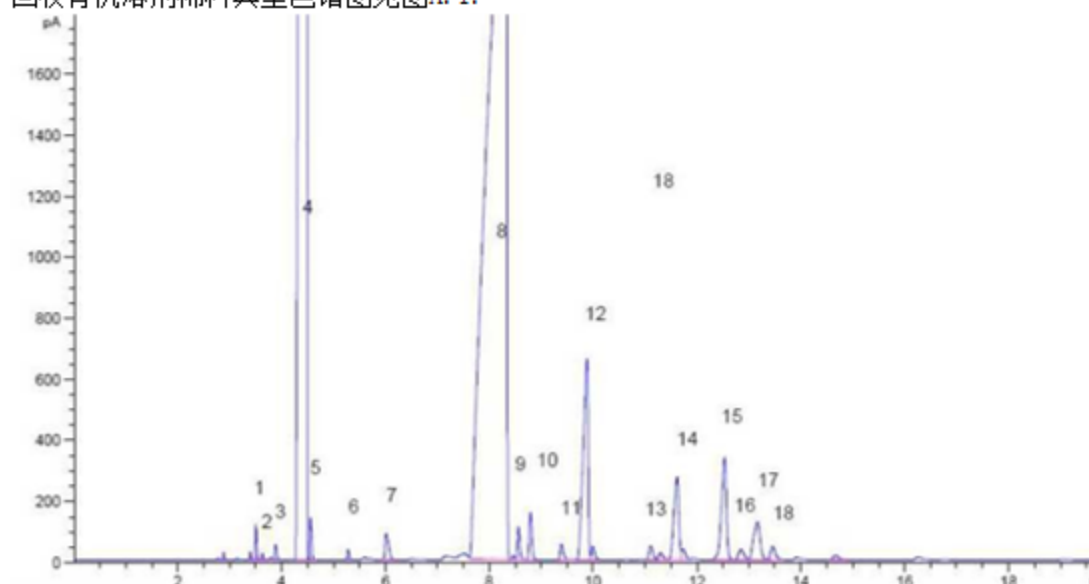
## 附录 A

(资料性)

## 回收有机溶剂稀料典型色谱图及相对保留时间

## A.1 典型色谱图

回收有机溶剂稀料典型色谱图见图A.1。



说明:

- 1—二氯甲烷;
- 2—1,1-二氯乙烷;
- 3—三氯甲烷;
- 4—1,2-二氯乙烷;
- 5—2-氯乙醇;
- 6—三氯乙烯;
- 7—1-溴-2-氯乙烷;
- 8—1,1,2-三氯乙烷;
- 9—3,4-二氯-1-丁烯;
- 10—1,3-二氯丙烷;
- 11—四氯乙烯;
- 12—1,2-二氯环丁烷;
- 13—未知1;
- 14—1,3-二氯-2-丁烯;
- 15—1,4-二氯-2-丁烯;
- 16—未知2;
- 17—氯苯;
- 18—未知3。

图 A.1 回收有机溶剂稀料典型色谱图

## A.2 相对保留时间

回收有机溶剂稀料中各组分相对保留时间见表A.1。

表 A.1 回收有机溶剂稀料中各组分相对保留时间

峰序	组分名称	相对保留时间
1	二氯甲烷	0.78
2	1,1-二氯乙烷	0.81

表A.1 回收有机溶剂稀料中各组分相对保留时间（续）

峰序	组分名称	相对保留时间
3	三氯甲烷	0.87
4	1,2-二氯乙烷	1.00
5	2-氯乙醇	1.02
6	三氯乙烯	1.18
7	1-溴-2-氯乙烷	1.34
8	1,1,2-三氯乙烷	1.87
9	3,4-二氯-1-丁烯	1.91
10	1,3-二氯丙烷	1.96
11	四氯乙烯	2.20
12	1,2-二氯环丁烷	2.48
13	未知1	2.53
14	1,3-二氯-2-丁烯	2.58
15	1,4-二氯-2-丁烯	2.79
16	未知2	2.87
17	氯苯	2.93
18	未知3	3.00