

T/SDEPI

团 体 标 准

T/SDEPI XXX—2023

再生溶剂—二氯甲烷

Regenerative solvent Dichloromethane

(征求意见稿)

2023 - XX - XX 发布

2023 - XX - XX 实施

山东省环境保护产业协会 发布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 要求 2

5 检验方法 2

6 检验规则 4

7 标志、包装和运输、贮存 4

8 安全 4

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：山东春帆环境科技有限责任公司、高密长丰化工有限公司、临沂中天环保科技有限公司、高能时代环境（滕州）环保技术有限公司。

本文件主要起草人：毕克举、涂理达、赵显飞。

再生溶剂 二氯甲烷

1 范围

本文件规定了再生溶剂—二氯甲烷的原料及流程、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装和运输、贮存。

本文件适用于《国家危险废物名录》中的废二氯甲烷有机溶剂为原料，采用精馏工艺回收二氯甲烷的生产、检验和销售。

分子式：CH₂Cl₂

分子量：84.93（按2007年国际相对原子质量）。

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 4117-2008	工业用二氯甲烷
GB/T 6682-2008	分析实验室用水规格和试验方法
GB/T 601-2016	化学试剂 标准滴定溶液的制备
GB/T 603-2002	化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
GB/T 21541-2008	工业用氯代甲烷产品纯度的测定 气相色谱法
GB/T 6283-2008	化工产品中水分含量的测定 卡尔·费休法（通用方法）
GB/T 3143-1982	液体化工产品颜色测定法（Hazen 单位--铂-钴色号）
GB/T 6324.2-2004	有机化工产品试验方法 第2部分：挥发性有机液体水浴上蒸发后干残渣测定（ISO 759:1981.MOD）
GB/T 6678-2003	化工产品采样总则
GB/T 6680-2003	液体化工产品采样通则
GB/T 8170-2008	数值修约规则与极限数值的表示和判定
GB 190-2009	危险货物包装标志
GB/T 191-2008	包装储运图示标志
	《国家危险废物名录》（2021年版）

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

原料 raw materials

是指《国家危险废物名录》中规定的含二氯甲烷的废有机溶剂为原料，原料中的二氯甲烷含量不小于 50%。

3.2

工艺流程 process flow

以危险废物中的废二氯甲烷溶剂为原料，通过精馏工艺精制提取的二氯甲烷产品，该产品符合《工业用二氯甲烷》GB/T4117-2008除第一章适用范围外所有指标。

4 要求

- 4.1 外观：无色澄清、无悬浮物、无机械杂质的液体。
4.2 二氯甲烷的技术要求应符合表 1 的规定。

表 1 技术要求

项目	指标	
	一等品	合格品
二氯甲烷的质量分数/% ≥	99.50	99.20
水的质量分数/% ≤	0.020	0.030
酸（以 HCL 计）的质量分数/% ≤	0.0004	0.0008
色度/Hazen 单位（Pt-Co 色号） ≤	10	
蒸发残渣的质量分数/% ≤	0.0005	0.0010

5 检验方法

5.1 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健康措施。

5.2 一般规定

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/6682-2008 中规定的三级水。分析中所用标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601-2016、GB/T 603-2002 的规定制备。

5.3 外观评定

取适量实验室样品于比色管内，目测观察样品有无悬浮物和机械杂质。

5.4 二氯甲烷含量的测定

按 GB/T 21541-2008 规定的方法进行。

5.5 水分的测定

5.5.1 卡尔·费休容量法

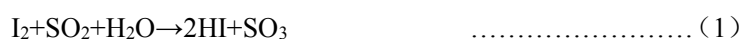
按 GB/T 6283-2008 规定的方法进行。

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两次平行测定结果的平均值的 10%。

5.5.2 卡尔·费休库仑电量法（仲裁法）

5.5.2.1 方法提要

实验室样品中的水在有机碱和甲醇的存在下与电解液中的碘进行定量反应，反应为：



参加反应的碘分子数等于水的分子数，而电解生成的碘与所消耗的电量成正比。依据法拉第定律，在仪器上直接读出被测试样的水含量。

5.5.2.2 仪器

5.5.2.2.1 库仑电量水分测定仪：检测灵敏度0.1 μg H₂O。或其他能满足分析要求的微量水分测定仪也可使用；

5.5.2.2.2 天平：分度值为0.01 g；

5.5.2.2.3 注射器：5 mL。

5.5.2.3 试剂

与库仑电量水分测定仪配套使用的电解液（市售试剂）。

5.5.2.4 分析步骤

向库仑电量水分测定仪电解池加入电解液，调节库仑电量水分测定仪，使滴定池内达到平衡状态。用注射器吸取约2mL实验室样品（或根据实验室样品中的水含量调整），称量，精确至0.01 g，加入到库仑电量水分测定仪中，立即进行电量滴定，滴定结束后，根据试料的质量，计算水含量或在库仑电量水分测定仪上直接读取水的质量分数。

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两次平行测定结果的平均值的0.0008%。

5.6 酸度的测定

5.6.1 方法提要

用水萃取试料中所含的酸，以溴甲酚绿乙醇溶液为指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

5.6.2 仪器

5.6.2.1 微量滴定管：分刻度0.02mL；

5.6.2.2 天平：最大称量不小于2000g，分度值0.1g。

5.6.3 试剂

5.6.3.1 氢氧化钠标准滴定溶液：c(NaOH)=0.01 mol/L；

5.6.3.2 溴甲酚绿乙醇溶液：1g/L；

5.6.3.3 水：对溴甲酚绿乙醇溶液呈中性。

5.6.4 分析步骤

取100mL实验室样品，称量，精确至0.1 g，将试料转移至分液漏斗中，并加入100 mL水(5.6.3.3)，振荡5 min，静置分层。从分液漏斗中分离出有机相，将水相转移至锥形瓶中，加1~2滴溴甲酚绿指示液，以氢氧化钠标准滴定溶液滴定至蓝色为终点。

5.6.5 结果计算

酸的质量分数 W₁（以 HCl 计），数值以%表示，按式（3）计算：

$$W_1 = (V/1000)cM/m \times 1000 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

V—试料消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

c—氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

m—试料的质量的数值，单位为克(g)；

M—氯化氢的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol(M=36.46))。

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0.0002%。

5.7 色度的测定

按 GB/T 3143-1982 规定的方法进行。

5.8 蒸发残渣的测定

按GB/T6324.2-2004规定的方法进行，取样量根据蒸发残渣的量确定。

取两次平行测定结果的算数平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.0001%。

6 检验规则

6.1 检验分出厂检验和型式检验

6.1.1 本标准第3章要求中的外观、二氯甲烷含量、水分、酸度、色度为出厂检验项目，出厂检验应逐批进行。

6.1.2 型式检验项目为第3章要求中规定的全部项目。在正常生产情况下，每6个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时，也应进行型式检验。

- a) 主要原料有变化；
- b) 停产又恢复生产；
- c) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异；
- d) 合同规定。

6.2 再生溶剂--二氯甲烷以同等质量的均匀产品为一批。桶装产品以不大于100 t为一批，或以一贮槽、一槽罐的产品量为一批。

6.3 再生溶剂--二氯甲烷的采样按 GB/T 6680-2003 中的7.1规定进行。桶装产品采样单元数按 GB/T 6678—2003 中的规定进行，采样的总量应保证检验的需要。

6.4 再生溶剂--二氯甲烷应由生产厂的质量检验部门进行检验。每批出厂的产品都应附有质量证明书，内容包括：产品名称、产品等级、生产厂厂名、厂址、批号或生产日期及本标准编号。

6.5 检验结果的判定按 GB/T 8170-2008 中的修约值比较法进行。检验结果如果有一项指标不符合本标准要求时，桶装产品应重新自两倍数量的包装单元中采样进行检验，贮槽装产品及槽罐装产品应重新采样进行检验。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、包装和运输、贮存

7.1 再生溶剂--二氯甲烷包装容器上应有牢固清晰的标志，内容包括：产品名称、商标、生产厂厂名、厂址、净含量、批号、产品等级、本标准编号、GB 190-2009规定的“有毒品”标志、GB/T 191-2008规定的“怕晒”、“怕雨”标志。

7.2 再生溶剂--二氯甲烷应使用干燥、清洁的镀锌铁桶、涂防护层铁桶或槽罐密闭包装。铁桶包装每桶净质量(200±0.5) kg、(250±0.5) kg，或根据用户要求包装。

7.3 镀锌铁桶、涂防护层铁桶或槽罐的装入量应根据铁桶或槽罐的总容积和液体氯代甲烷类产品在运输路途上允许的温度及其他因素变化，而引起的体积膨胀加以考虑。

7.4 再生溶剂--二氯甲烷产品应贮存在阴凉、通风、干燥的地方，不得靠近热源，避免曝晒雨淋。

7.5 再生溶剂--二氯甲烷产品在运输和装卸时不得撞击，应小心轻放，以免损伤包装容器致使产品渗漏。

7.6 再生溶剂--二氯甲烷的稳定剂是甲醇或戊烯。

7.7 加入稳定剂后的再生溶剂--二氯甲烷的保质期为自生产之日起的6个月。

8 安全

再生溶剂--二氯甲烷遇明火高热可燃。受热分解能产生剧毒的光气。若遇高热，容器内压力增大，有开裂和爆炸的危险。

接触或使用二氯甲烷时，应配戴必要的防护用品。当皮肤接触时，应用肥皂水和清洁水彻底冲洗皮肤至少 15min，眼睛接触时，用流动清水或生理盐水冲洗，就医。
