ICS 71.060.30
CCS G 11

T/SDSES

山 东 环 境 科 学 学 会 团 体 标 准

T/SDSES XXXX—XXXX

叔丁基过氧化物副产硫酸

Tert-butyl-peroxides by-product sulphuric acid

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

山东环境科学学会　　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。

本文件由山东环境科学学会提出并归口。

本文件起草单位：山东瑞纳特化工有限公司。

参加起草单位：淄博天盛化工有限公司。

本文件主要起草人：

叔丁基过氧化物副产硫酸

1 范围

本文件规定了叔丁基过氧化物副产硫酸的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。本文件适用于羰基合成法制取三甲基乙酸过程中产生的叔丁基过氧化物副产硫酸。

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 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 534-2014 工业硫酸
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
HJ 501 水质 总有机碳的测定 燃烧氧化—非分散红外吸收法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

4.1 叔丁基过氧化物副产硫酸应符合表 1 的技术要求。

表1 技术要求

项 目	指 标
硫酸，w/% ≥	40.0
灰分，w/% ≤	0.1
砷（As），w/% ≤	0.01
汞（Hg），w/% ≤	0.01
过氧化物（以H_2O_2计），w/% ≤	0.2
有机碳（TOC），w /% ≤	0.5

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。

5.1 一般的测定

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和GB/T 6682中规定的三级水。试验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、GB/T 603的规定制备。

5.2 硫酸含量的测定

称取约1.4g试样，精确至0.0001g，按GB/T 534-2014中5.2的规定进行。

5.3 灰分的测定

按GB/T 534-2014中5.4的规定进行。

5.4 砷含量的测定

按GB/T 534-2014中5.6的规定进行。

5.5 汞含量的测定

按GB/T 534-2014中5.8的规定进行。

5.6 过氧化物含量的测定

5.6.1 方法提要

试样溶解于二氯甲烷和冰乙酸的混合溶液中,加人饱和碘化钾溶液,有机过氧化物与碘化钾溶液作用，生成碘,碘与定量的硫代硫酸钠标准溶液作用，重新被还原,根据消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,计算得到有机过氧化物的含量。

5.6.2 仪器

5.6.2.1 碘量瓶:250 mL。
5.6.2.2 滴定管:10mL,最小刻度 0.05 ml。

5.6.3 试剂和材料

5.6.3.1 冰乙酸。
5.6.3.2 氮气，纯度不低于 99.99%。
5.6.3.3 50%碘化钾溶液:20g 碘化钾溶解在 20mL 脱氧水中。该溶液应当在使用前的现场配制,并且制备后应将它存放在棕色玻璃瓶中。
5.6.3.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液:$c(Na_2S_2O_3)$=0.1 mol/L。
5.6.3.5 硫代硫酸钠标准滴定溶液:$c(Na_2S_2O_3)$=0.01 mol/L。

量取 10.0mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液(5.6.3.4)于 100mL 容量瓶中，用脱氧水稀释至刻度，摇匀。此溶液使用时配制。

5.6.3.6 淀粉指示液:50 g/L。
5.6.3.7 脱氧水:在使用前,用氮气通入水中鼓泡 5min。

5.6.4 测定

量取20mL冰乙酸于250mL碘量瓶中，快速通入氮气置换2min，塞进瓶塞。称取1g试样（精确至0.0001g）加入其中，塞好瓶塞，摇匀。快速加入1m50%碘化钾溶液，再塞好瓶塞，摇匀后放置暗处。15min后加入100mL脱氧水，用硫代硫酸钠标准溶液（5.6.3.5）滴定至浅黄色，加入1mL淀粉溶液，继续滴定至无色为终点。同时进行空白试验。

5.6.5 结果计算与表述

过氧化物的质量分数w_1，按式（1）计算：

$$w_1=\frac{(V1-V2)c\times 17.01}{1000m}\times 100\% \cdots\cdots (1)$$

式中：

V_2 ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积；

V_1——空白消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积；

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的准确浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

M——过氧化氢(1/2 H_2O_2)的摩尔质量的数值(M=17.01)。

m ——称取试样的质量，单位为克（g）。

5.7 有机碳的测定

5.7.1 试剂

5.7.1.1 氢氧化钡（$Ba(OH)_2 8H_2O$）：含量不小于 98.0%。

5.7.2 试样溶液的制备

称取4g氢氧化钡(精确至0.01g)于250mL烧杯中,加入200mL水溶解后,称取2.5g试样(精确至0.0001g)加入其中，充分搅拌后定量转入250mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀后静置2h后，过滤。滤液备用。

5.7.3 测定

取滤液50mL，按HJ 501的规定进行。

5.7.4 结果的计算与表述

有机碳的质量分数w_2，按式（2）计算：

$$w_2=\frac{\rho\times 250\times 10^{-6}}{m}\times 100\% \cdots\cdots (2)$$

式中：

ρ——测定试样溶液中有机碳质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

m——称取的试样质量，单位为克（g）。

6 检验规则

6.1 产品由生产厂的质量检验部门进行检验，分为型式检验和出厂检验。

6.1.1 硫酸含量、灰分为出厂检验项目。

6.1.2 本文件规定的项目均为型式检验项目。在正常情况下，每 6 个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时，应进行型式检验：

a) 更新关键生产工艺；

b) 主要原料有变化；

c) 停产又恢复生产；

d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异；

e) 合同规定。

6.2 产品按批检验，在原材料、工艺不变的条件下，以每一成品贮罐为一批或日产量为一批。

6.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。按 GB/T 6680 的规定采样，所采样品总量不少于 500mL。将采出的样品混匀，分装于两个清洁、干燥、具磨口塞的玻璃瓶中，密封，贴上标签，注明生产单位名称、生产日期、批号、采样日期和采样人。一瓶分析检验用，另一瓶保存备用。

6.4 检验结果的判定按 GB/T 8170 中规定的修约值比较法进行。检验结果如有一项指标不符合本文件要求，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。复检结果即使只有一项指标不符合本文件要求，则整批产品为不合格。

7 标志和随行文件

7.1 产品包装容器上应有明显、牢固的标志，内容包括：

a) 生产厂名称；
b) 厂址；
c) 产品名称；
d) 商标；
e) 本文件编号；
f) 生产日期；
g) 批号；
h) GB 190 规定的“腐蚀品”标志
i) 净含量等。

7.2 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) 产品名称；
c) 生产日期；
d) 批号；
e) 产品质量检验结果或检验结论；
f) 本文件编号等。

8 包装、运输和贮存

8.1 包装

产品应采用专用槽车（船）运输。也可装于其它耐酸材料（如塑料桶）包装，其容器大小视需要而定，容器应用耐酸材料的盖密封。

8.2 运输

产品应装于专用槽车（船）内运输，槽车（船）应定期清理。也可装于其它耐酸材料（如塑料桶）包装容器内运输，装卸时应轻装轻卸。

8.3 贮存

产品应贮存于干燥、通风处，与易燃和可燃物、还原剂、碱类、金属粉末等分开存放，不可混贮。