

团 体 标 准

T/SCCE 1—2020

回收碱液

Recyclethelye

2020 - 11 - 24 发布

2020 - 12 - 01 实施

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 生产工艺	1
5 要求	2
6 试验方法	2
7 检验规则	3
8 标志、包装、运输、贮存	4
附录 A（规范性附录） 半纤维素碱溶解量的测定	5
参考文献	7

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。

本文件由宜宾丝丽雅股份有限公司提出。

本文件由四川省循环经济协会归口。

本文件起草单位：宜宾丝丽雅股份有限公司、宜宾丝丽雅集团有限公司、四川雅华生物有限公司、宜宾海丝特纤维有限责任公司、宜宾雅泰生物科技有限公司。

本文件主要起草人：邓传东、贺敏、田启兵、胡小东、刘潘、张志红。

本文件为首次发布。

回收碱液

警示——本文件所属产品含氢氧化钠，具有强腐蚀性。使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验，有责任采取适当的安全和防范措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了回收碱液产品的术语和定义、产品工艺、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存。

本文件适用于造纸、粘胶纤维等生产行业纳滤膜净化分离回收制得的碱液。

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

GBT 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 4348.1 工业用氢氧化钠 氢氧化钠和碳酸钠含量的测定

GB/T 4348.2 工业用氢氧化钠 氯化钠含量的测定 汞量法

GB/T 4348.3 工业用氢氧化钠 铁含量的测定 1,10-菲啰啉分光光度法

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GBT 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 7698 工业用氢氧化钠 碳酸盐含量的测定 滴定法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 11213.2 化纤用氢氧化钠 氯化钠含量的测定 分光光度法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

回收碱液

是指在造纸、粘胶纤维生产过程中产生的废碱液，通过一系列预处理后，使用纳滤膜法净化分离生产制得的可回收再利用的洁净碱液。

4 生产工艺

浆粕浸渍后的废碱液通过两次丙纶板框过滤，除去大颗粒杂质（如纤维、灰分），再进行微孔过滤，去除微米级的杂质颗粒，最后进入纳滤膜系统，将废碱液中的半纤维素和碱液进行纳滤分离，最终得到

洁净的回收碱溶液产品。回收碱液生产工艺流程图见图1。

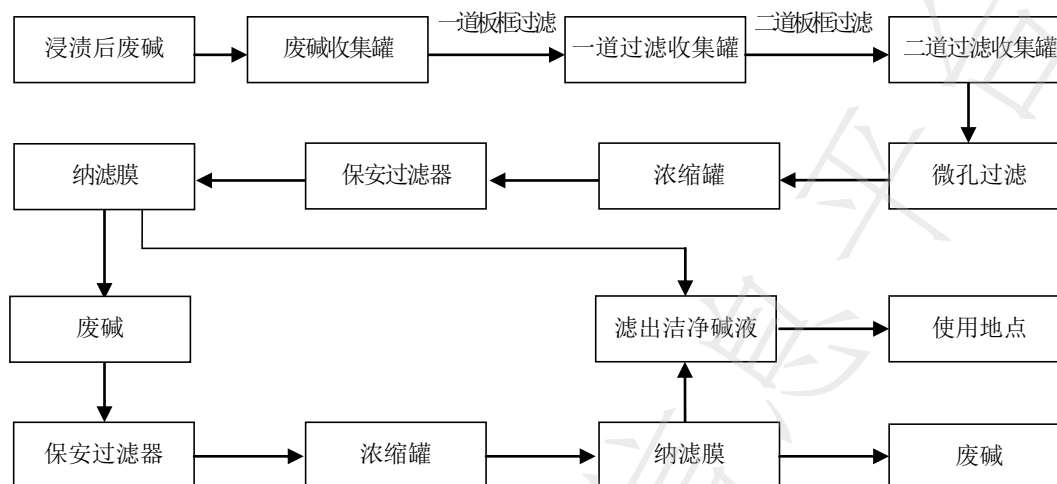


图1 回收碱液生产工艺流程图

5 要求

5.1 外观

产品为淡黄色透明液体。

5.2 理化指标

理化指标应符合表 1 规定。

表1 理化指标

单位为：%（质量分数）

项 目	指 标
氢氧化钠	\geq 4.0~20.0
碳酸钠	\leq 0.2
氯化钠	\leq 0.008
三氧化二铁	\leq 0.001
半纤维素碱溶解量	\leq 0.6

6 试验方法

6.1 外观

在自然光线下目视观察。

6.2 氢氧化钠

按 GB/T 4348.1 的规定进行检验。

6.3 碳酸钠

按 GB/T 4348.1 或 GB/T 7698 的规定进行检验，其中 GB/T 7698 为仲裁法。

6.4 氯化钠

氯化钠含量的测定依据其含量不同按 GB/T 4348.2 或 GB/T 11213.2 的规定进行检验。其中氯化钠质量分数 $\leq 0.02\%$ 时，GB/T 11213.2 为仲裁法；氯化钠质量分数 $> 0.02\%$ 时，GB/T 4348.2 为仲裁法。

6.5 三氧化二铁

按 GB/T 4348.3 的规定进行检验。

6.6 半纤维素碱溶解量

按附录 A 的规定进行检验。

7 检验规则

7.1 检验分类

产品的检验分为出厂检验和型式检验。

7.2 出厂检验

本文件规定的氢氧化钠、氯化钠、半纤维素碱溶解量为出厂检验项目。

7.3 型式检验

本文件规定的全部项目为型式检验项目。正常生产情况下，每六个月至少进行一次检验。有下列情况之一时，也应进行型式检验：

- a) 原料、工艺发生较大变化(如材料、工艺条件等)；
- b) 生产装置出现重大波动调整后；
- c) 出厂检验的结果与上次型式检验有较大差异；
- d) 产品停产后复产；
- e) 上级质量监督机构或有关部门提出型式检验要求。

7.4 组批与采样

7.4.1 产品按批检验。生产企业以每一成品槽或每一生产周期生产的回收碱液为一批；用户可以将每次收到的同一批次的回收碱液为一批。

7.4.2 产品从槽车或贮槽采样时，采用 GB/T 6680 中规定的适宜的取样器自上、中、下三处采取等量的有代表性的样品。生产企业可将槽车或贮槽内的回收碱液混匀后于采样口采取有代表性样品。

7.4.3 将采取的样品混匀，分装于两个清洁、干燥、具塞的广口瓶、聚乙烯瓶中，密封。样品总量不少于 500 mL。一瓶用于检验，一瓶作备检。样品瓶上应贴上标签，并注明：生产企业名称、产品名称、批号或槽车、贮槽号、采样日期及采样人姓名等。样品保留三个月，出口样品保留六个月。

7.5 结果判定

7.5.1 产品质量指标采用 GB/T 8170 中的“修约值比较法”进行判定。

7.5.2 出厂产品应由生产企业的质量检验部门进行检验，依据检验结果与文件要求做出质量判定，合格产品方可出厂，并提供质量证明，内容包括：生产企业名称、产品名称、规格型号、质量指标、批号或生产日期、执行标准号。

7.5.3 所检项目全部符合本文件要求时，判该批产品为合格。如果检验结果有一项不符合本文件要求，应重新加倍在包装单元、贮罐（槽）或槽车采取样品进行复检。复检结果中即使有一项指标不符合本文件要求，则判该批产品为不合格。

8 标志、包装、运输、贮存

8.1 标志

出厂产品外包装上应有明显牢固的标志，内容包括：企业名称、地址、产品名称、执行标准号、生产日期或批号、净质量，以及 GB 190 规定的“腐蚀性物质”标志。

8.2 包装

产品应采用专用槽车或贮罐（槽）装运。

8.3 运输

运输过程防止撞击。运输用槽车必须用纯水清洗，不可与酸性物品混装运输。

8.4 贮存

产品应用贮罐（槽）贮存。防止碰撞及与酸性物品接触。

附 录 A
(规范性附录)
半纤维素碱溶解量的测定

A. 1.1 测定原理

回收碱液中所溶解的微量半纤维素是具有还原性的物质,在浓硫酸加热条件下与过量重铬酸钾发生氧化还原反应,用硫酸亚铁铵法滴定剩余的重铬酸钾,以重铬酸钾的消耗量计算其含量。

A. 1.2 试剂和溶液

A. 1.2.1 本方法所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水或相等纯度的水。试验中所用的标准滴定溶液、制剂和制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601 规定制备。

A. 1.2.2 重铬酸钾溶液: 20 g/L。取 150 mL 浓硫酸(6.7.2.2),注入 600 mL 水中,冷却,用稀硫酸溶解 20 g 重铬酸钾($K_2Cr_2O_7$),用水稀释至 1 L。

A. 1.2.3 浓硫酸。

A. 1.2.4 氢氧化钠溶液:根据回收碱液产品的氢氧化钠含量的情况,计算称取对应量的氢氧化钠,用水溶解、稀释后作为空白试验备用。

A. 1.2.5 亚铁灵指示剂溶液:称取 1.5 g 的 1,10-菲啰啉-水合物($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$)溶于水并稀释至 100 mL。

A. 1.2.6 硫酸亚铁铵标准滴定溶液: 0.1 mol/L。临用前按 GB/T 601 中采用高锰酸钾标定的方法进行标定。

A. 1.3 仪器

A. 1.3.1 一般实验室仪器。

A. 1.3.2 加热板:温度可达 120℃ 以上。

A. 1.3.3 滴定管: 50mL, 0.1 mL 分度值, A 类。

A. 1.4 试验步骤

A. 1.4.1 试液制备

A. 1.4.1.1 称取 20 g 左右(精确至 0.01g)回收碱液产品于 250mL 锥形瓶中,准确移取 10.0mL 重铬酸钾溶液(A.1.2.2)于锥形瓶中,小心加入 45mL 浓硫酸(A.1.2.3),将此热溶液放置在温度 120℃ 以上的加热板上加热 10 min 后自然冷却备用。

A. 1.4.1.2 取 20 mL 的氢氧化钠溶液(A.1.2.4),进行空白试验。

A. 1.4.2 滴定

加入 50 mL 水,再冷却至室温,加入 2 滴亚铁灵指示剂溶(A.1.2.5),用硫酸亚铁铵标准滴定溶液(A.1.2.6)滴定,至溶液由棕褐色逐步变为黄绿色,接近终点时溶液为亮绿色,继续滴定至溶液变成红褐色。

A. 1.5 试验结果

半纤维素碱溶解量的质量分数 ω ，以%表示，按式（1）计算：

$$\omega = \frac{6.85(V_2 - V_1) \times c}{1000 \times m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- V_1 —— 滴定试样所消耗的硫酸亚铁铵溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- V_2 —— 空白实验所消耗的硫酸亚铁铵溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- c —— 硫酸亚铁铵溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
- m —— 试液的质量，单位为克（g）；
- 6.85 —— 经验因子，表示1/6 mmol重铬酸钾所相当的纤维素的量，单位为毫克（mg）。

A. 1. 6 两次平行测定结果

两次平行测定结果之差的绝对值不超过 0.05 %，取算术平均值为测定结果。

参 考 文 献

- [1] GB/T 5401-2018 纸浆碱溶解度的测定
-

全国团体标准信息平台