

TB

中国硫酸工业协会团体标准

T/CSAIA XX-XXXX

DSD 酸（4, 4'-二氨基二苯乙烯-2, 2'-二磺酸）生产再生硫酸

DSD Acid (4,4'-Diaminodiphenylethylene-2,2'-disulfonic acid)

produces regenerated sulfuric acid

（征求意见稿）

（本稿完成日期：2021 年 1 月 25 日）

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国硫酸工业协会 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。

请注意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。

本标准由中国硫酸工业协会提出并归口。

本标准起草单位：河北彩客化学股份有限公司、彩客化学（沧州）有限公司、东光县华力铸造材料厂、上格环境科技(上海)有限公司、彩客化学（东营）有限公司、深圳准诺检测有限公司。

本标准主要起草人： 。

DSD 酸生产再生硫酸

警告：本标准中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，部分操作具有危险性。本标准并未揭示所有可能的安全问题，使用者应严格按照有关规定正确使用，并有责任采取适当的安全和健康措施。

1. 范围

本标准规定了DSD酸生产再生硫酸的技术要求、试验方法、检验规则、标志、标签和随行文件、包装、运输和贮存、以及安全等方面的要求。

本标准适用于DSD酸生产过程中再生的硫酸。

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/T 534 工业硫酸

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 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

GB 15258 化学品安全标签编写规定

GB 15603 常用化学危险品贮存通则

GB/T 30902 无机化工产品 杂质元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱

3. 技术要求

DSD酸生产再生硫酸应符合表1的要求。

表 1 DSD 酸生产再生硫酸的技术要求

项 目	要 求
外观	无色至淡黄色液体
硫酸 (H ₂ SO ₄) ω/%	≥ 50
灰分 ω/%	≤ 0.1
TOC (以C计) (g/L)	≤ 2.8
对硝基甲苯邻磺酸 ω/%	≤ 0.4

4. 试验方法

4.1 一般规定

本标准中所使用的试剂和水, 在没有注明其他要求时, 均指分析纯和GB/T 6682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, 均按照GB/T 601、GB/T 603的规定制备。

4.2 外观

自然光下目视观察。

4.3 硫酸质量分数的测定

按照 GB/T 534—2014 中 5.2 的规定执行。

4.4 灰分质量分数的测定

按照 GB/T 534—2014 中 5.4 的规定执行。

4.5 TOC (以 C 计)

4.5.1 方法原理

试样经酸化曝气, 其中的无机碳转化为二氧化碳去除, 再将试样注入高温燃烧管中, 可直接测定总有机碳。

4.5.2 试剂

4.5.2.1 无二氧化碳水

4.5.2.2 邻苯二甲酸氢钾

4.5.2.3 硫酸溶液: 1+1

4.5.2.4 有机碳标准贮备液 (400 mg/L): 准确称取邻苯二甲酸氢钾 (预先在 110°C-120°C 下干

燥至恒重) 0.8502 g, 置于烧杯中, 加水溶解, 定容于 1000 mL 容量瓶中, 摇匀。在 4°C 可保存 2 个月。

4.5.2.5 有机碳标准使用液 (100 mg/L): 吸取有机碳标准贮备液 (见 4.5.2.4) 50.00 mL, 定容于 200 mL 容量瓶, 摇匀。在 4°C 条件下贮存可稳定保存一周。

4.5.3 仪器和设备:

4.5.3.1 非分散红外吸收 TOC 分析仪

4.5.3.2 一般实验室常用仪器

4.5.4 分析步骤

4.5.4.1 调试仪器。

4.5.4.2 校准曲线的绘制

在七个 100 mL 容量瓶中, 分别加入 0.00、2.00、5.00、10.00、20.00、40.00、100.00 mL 标准使用液 (4.5.2.5), 用水稀释至标线, 混匀。配制成有机碳浓度为 0.0、2.0、5.0、10.0、20.0、40.0、100.0 mg/L 的标准系列溶液, 按照 4.5.4.4 操作测定其响应值, 以标准系列溶液浓度对应仪器响应值, 绘制有机碳标准曲线。

4.5.4.3 空白试验

用无二氧化碳水代替试样, 按 4.5.4.4 的步骤测定其响应值。每次试验应先检测无二氧化碳水的 TOC 含量, 测定值不应超过 0.5 mg/L。

4.5.4.4 样品测定

将稀释 50 倍 (稀释倍数根据样品实际情况而定) 后的试样注入 TOC 分析仪, 经曝气除去无机碳后导入高温氧化炉, 记录相应的响应值。

4.5.5 结果计算

根据所测试样响应值, 由校准曲线计算出总有机碳浓度, 计算公式如 (1):

$$W(\text{TOC}) = (w - w_0) \times f \quad (1)$$

式中:

$W(\text{TOC})$ —试样总有机碳浓度, mg/L;

w —试样仪器响应值, mg/L;

w_0 —空白响应值, mg/L

f —稀释倍数。

4.5.6 结果表示

当测定结果小于 100 mg/L 时, 保留到小数点后一位; 大于等于 100 mg/L 时, 保留三位有效数字。

4.6 对硝基甲苯邻磺酸含量的测定

4.6.1 对硝基甲苯邻磺酸含量的测定（化学法）

4.6.1.1 方法原理

方法：采用还原——重氮化法。

原理：对硝基甲苯邻磺酸是含硝基的化合物，可以在酸性介质中，用锌粉将硝基还原成氨基，过滤后用重氮化法分析。

4.6.1.2 试剂与溶液

4.6.1.2.1 锌粉，分析纯。

4.6.1.2.2 氢氧化钠，分析纯。

4.6.1.2.3 盐酸溶液：30% (m/m)。

4.6.1.2.4 溴化钾溶液：100 g/L。

4.6.1.2.5 亚硝酸钠标准滴定溶液：[C(NaNO₂)=0.1 mol/L]，按 GB/T 601 的规定配置和标定，标定时用淀粉-碘化钾试纸指示终点。

4.6.1.2.6 淀粉-碘化钾试纸。

4.6.1.3 仪器与设备

4.6.1.3.1 电子天平：精确至 0.0001 g。

4.6.1.3.2 回流装置：500 mL。

4.6.1.3.3 磁力搅拌器。

4.6.1.3.4 滴定管，10 mL。

4.6.1.4 测定步骤

称取样品约 40 g（精确至 0.0002 g），转移至 500 mL 的锥形瓶中，用氢氧化钠中和，调节 PH 接近中性。

加入锌粉 4 g，再加 30%盐酸 20 mL，加水 150 mL，加热回流沸腾 15 min 后过滤，弃去滤饼，将滤液倒入 800 mL 烧杯中，用蒸馏水调体积至 300 mL，冷却至室温后加溴化钾溶液 10 mL，加入盐酸 10 mL，在搅拌下以 0.1 mol/L 亚硝酸钠标准滴定溶液滴定，当试液点在淀粉-碘化钾试纸上呈微蓝色并保持 3 min 不消失即为终点。

同样方法作空白试验。

4.6.1.5 结果计算

对硝基甲苯邻磺酸的质量分数 ω_1 (%)，按式 (2) 进行计算：

$$\omega_1 = \frac{C \times (V - V_0) \times 0.2172}{m_1} \times 100 \quad (2)$$

式中：

C—亚硝酸钠标准滴定溶液浓度的实际浓度，mol/L；

V—消耗亚硝酸钠标准滴定溶液体积，mL；

V_0 —空白试验消耗亚硝酸钠标准滴定溶液体积, mL;

0.2172—与 1.00 mL 亚硝酸钠标准滴定溶液 $[c(\text{NaNO}_2)=1.000 \text{ mol/L}]$ 相当的以克表示的对硝基甲苯邻磺酸的质量;

m_1 —试样的质量, g。

计算结果表示到小数点后两位。

4.6.2 对硝基甲苯邻磺酸含量的快速测定(分光光度法)

4.6.2.1 仪器开机与波长选择

7504 分光光度计开机预热 30 分钟, 调测定波长 278 nm

4.6.2.2 分析步骤

称取约 2.0 g (精确至 0.0002 g) 再生酸液体, 置于带磨口盖的称量瓶中盖好盖子, 称量后记录质量 m_1 。把再生酸溶于 500 mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度线充分摇匀备用。使用 1*1 cm 石英比色皿在 7504 分光光度计(或同等功效的紫外分光光度计) 278 nm 处调试两只比色皿, 加蒸馏水吸光度均为 0 最佳, 在正负 0.002 可用; 不符合要求时清洗比色皿, 使其具备检测要求。然后测其吸光度, 蒸馏水做空白, 第二个格架放置样品, 拉动架杆, 记录样品吸光度 A 值。

4.6.2.3 结果计算

对硝基甲苯邻磺酸的质量分数 ω_2 (%), 按式 (3) 进行计算:

$$\omega_2 = \frac{a \times A}{m_2} \times 100\% \quad (3)$$

式中:

a—对硝基甲苯邻磺酸测定系数;

A—测定的吸光度;

m_2 —称量样质量, g。

注: 对硝基甲苯邻磺酸测定系数每月校准一次, 如遇氙灯更换或仪器维修后必须重新校准系数后应用。

4.6.2.4 对硝基甲苯邻磺酸的测定系数的计算

称取至少 6 个对硝基甲苯邻磺酸标准样品, 样品量在 0.3 至 0.8 g 左右(称取的样品质量要具有梯度性), 分别溶于 500 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇晃均匀。用移液管移取上述溶液 5 mL 至另一个 500 mL 的容量瓶中, 稀释至刻度, 充分混匀后使用 7504 分光光度计(或同等功效的紫外分光光度计) 在 278 nm 处测其吸光度, 根据化学法测得邻磺酸标准样品含量分别计算出折算系数。取平均数做为该台分光光度计的折算系数。

注: 计算时其中某个数据偏差较大应舍去后再进行平均计算(最少 5 个可取数据)。

对硝基甲苯邻磺酸测定系数用 a 表示, 按式 (4) 进行计算:

$$a = \frac{\omega_3 \times m_3}{100 \times A} \times 100\% \quad (4)$$

式中：

ω_3 —标准品中对硝基甲苯邻磺酸质量分数，%；

A—测定的吸光度；

m_3 —对硝基甲苯邻磺酸样品的质量，g。

5. 检验规则

5.1 检验分类

DSD 酸生产再生硫酸应由生产厂的质量检验部门进行检验。型式检验项目为表 1 中规定的所有检验项目，其中对硫酸质量分数、对硝基甲苯邻磺酸为出厂检验项目。正常生产情况下，每年应至少进行一次型式检验。当遇到下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 新产品或者产品转厂生产的试制定型鉴定；
- b) 正式生产后，如原料、工艺有较大改变，可能影响产品性能时；
- c) 长期停产后恢复生产时；
- d) 产品发生严重质量事故时。

5.2 组批规则和采样方案

5.2.1 组批规则

产品按批检验，以每一贮罐（槽）或日产量为一批。

5.2.2 采样方案

按GB/T 6680的规定进行采样，取样总量不得少于500 mL。将取得的试样混合均匀后，立即装入两个清洁、干燥、具磨口塞的玻璃瓶中，瓶上应贴有标签，注明生产企业名称、产品名称、批号、采样日期、采样者姓名等。一瓶用于检验，另一瓶应保存不少于15天，以备查用。

5.3 判定规则

检验结果按GB/T 8170中规定的修约值比较法判定是否符合本标准。出厂检验和型式检验的检验结果若有一项指标不符合本标准的要求，应重新自贮罐（槽）中取两倍量样品进行复验，复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求，则整批产品为不合格。

6. 标志、标签和随行文件

每批出厂的再生硫酸的包装容器上应有清晰的符合 GB 190 规定的“腐蚀性物质”标志和符合 GB 15258 规定的安全标签。每批出厂的产品都应附有质量证明书或产品合格证，内容包括：生产企业名称、地址、产品名称、生产日期或批号、执行的标准名称及编号等。

7. 包装、运输和贮存

7.1 包装

再生硫酸应用内衬耐酸、耐腐蚀材料的专用槽车（船）或其他耐酸包装容器（如塑料桶）包装。

7.2 运输

再生硫酸运输应遵守危化品运输的相关安全要求。应轻搬、轻放、避免碰撞，防止雨水、日晒。

7.3 贮存

再生硫酸应与易燃和可燃物、还原剂、碱类、金属粉末等分开存放，不可混贮。贮存应符合 GB 15603 的规定，贮存容器材质必须是耐酸的材质或作相应防腐处理的材质。

8. 安全

8.1 产品属于强酸，具有强腐蚀性、灼伤性。操作时应穿戴防护眼镜、手套和防护服，工作现场应备有水源。

8.2 严格遵守国家有关消防、危险品的安全条例。每批出厂产品应附有安全技术说明书。

8.3 产品应避免与有机物、金属粉末等接触。当用槽车（船）运输时，禁止在容器附近抽烟或动用明火。
