

# 《DSD 酸（4，4′ -二氨基二苯乙烯- 2，2′ -二磺酸）生产再生硫酸》 团体标准

## 编制说明

（征求意见稿）

《DSD酸（4，4′ -二氨基二苯乙烯-2，2′ -二磺酸）  
生产再生硫酸》编写组

2021年1月25日

# 编制说明

## （一）工作简况

### 1 任务来源

本标准由中国硫酸工业协会接受河北彩客化学股份有限公司、彩客化学（沧州）有限公司、上格环境科技(上海)有限公司等单位的委托而提出，并在中国硫酸工业协会 硫和硫酸团体标准技术委员会的指导下成立工作组，负责标准的制定、编写等工作。

### 2 标准主要起草单位、协作单位

由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负责标准和编制说明的编写，深圳准诺检测有限公司负责检测方法的建立和确定。

### 3 制定标准的意义

1) 利于国家监管：再生硫酸有很大的价值，如果作为废物交由第三方，那么运输本身就存在一定的风险，再加上第三方处理能力参差不齐，一旦发生倾倒或处理不当，对于国家和生产企业都有很大的压力。如果能够资源化，从产生到去向都非常清晰的情况下，更有利于国家监管。

2) 形成产业链：再生硫酸的利用，与呋喃树脂、原砂在当地能够形成一条新的产业链，让上下游企业以最小的投入实现经济、资源最大化，符合国家资源化的思路。

3) 适应市场：团体标准的制定，为 50 酸的合法使用提供了一个依据，更能适应市场经济，更具有实际实施意义。

4) 带动行业发展：《产业结构调整指导目录》（2019 版）将“高浓度连续烟酸磺化”列为鼓励类，此工艺也会再生硫酸，那么这个标准的提出同时解决了整个行业再生酸的去向。

### 4 主要工作过程和工作内容

1) 2020.10 河北彩客化学股份有限公司向中国硫酸工业协会 硫和硫酸团体标准技术委员会（以下简称“硫和硫酸标委会”）提交《DSD 酸（4，4' -二氨基二苯乙烯-2，2' -二磺酸）生产再生硫酸团体标准申报项目的总体情况说明》、《DSD 酸（4，4' -二氨基二苯乙烯-2，2' -二磺酸）生产再生硫酸团体标准项目计划汇总表》、《DSD 酸（4，4' -二氨基二苯乙烯-2，2' -二磺酸）生产再生硫酸团体标准项目建议书》，经审查，获批立项；

2) 2020.11 考虑到新冠疫情目前的形势，在硫和硫酸标委会的指导下，项目启动会暨第一次工作组讨论会通过腾讯视频会议线上召开，会上对标准框架及相应具体内容、指标等进行了讨论，会议对行标制定流程的各个时间节点进行了规划，并对各参编单位的工作内容进行了分工，即会后由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

限公司着手进行团标工作组讨论稿和编制说明的起草,由深圳准诺检测有限公司负责检测方法的建立;

3) 2021.01.06 标准工作组第二次讨论会通过腾讯视频会议线上召开,会上对标准和编制说明文本讨论稿进行了充分讨论,最终对编入标准的 5 个项目的指标要求及检测方法达成了一致意见,并增加 TOC (以 C 计)、对硝基甲苯邻磺酸、铊 3 个项目的复测,会上还对标准讨论稿中其它条目的具体内容与格式进行了确认。会议决议,会后由深圳准诺检测有限公司对 TOC (以 C 计)、铊两个项目进行复测、河北彩客化学股份有限公司对对硝基甲苯邻磺酸进行复测,由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着手进行标准征求意见稿和编制说明的组织编写,由硫和硫酸标委会秘书处审定后公开征求意见;

4) 2021.1 经标准工作组编写,最终形成了标准的征求意见稿和编制说明,由工作组向专家、生产厂家和下游应用单位共 X 家发出征求意见函,工作组将征求意见稿的回复、反馈收集齐,列出《团体标准征求意见汇总处理表》;

5) 2021.2 根据《团体标准征求意见汇总处理表》对标准文本和编制说明进行修改、完善,最终形成送审稿,提交硫和硫酸标委会审定;

6) 2021.3 团体标准专家审查会在 XXXX 召开,审查组听取了标准工作组的汇报、解答并提出 X 条意见和建议,最终一致同意标准送审稿通过审查,并要求工作组根据修改意见完善团体标准,尽快形成报批稿上报审批;

7) 2021.4 标准工作组修改完善标准文本和编制说明,最终形成报批稿。

## (二) 标准编制原则和确定标准主要内容的依据

### 1 标准编制原则

标准的编制遵循“规范性、一致性、适用性、可操作性”的原则,与国际通行标准接轨,注重标准可操作性。

#### (1) 规范性

本标准严格按照国家标准 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》、GB/T 20001.10—2015 《标准编写规则 第 10 部分:产品标准》及相关法规的要求进行编写和表述。

#### (2) 一致性

尽量与现行有效的国家法律、法规、标准保持一致,对 DSD 酸生产再生硫酸的技术指标和要求作出相应的规定。

#### (3) 适用性

制定的再生硫酸产品的技术指标,应满足下游树脂砂的生产要求,得到再生硫酸用户的

认可，并且不与其它相同应用的硫酸标准发生冲突，同时最大程度地利用再生硫酸，使资源利用最大化。

(4) 可操作性

标准编制标准既要充分考虑到本行业的发展现状与特点，又要有一个适宜的范围与程度，提高标准贯彻实施的可操作性。

## 2 确定标准主要内容的依据

确定标准主要内容的依据有：

(1) 参考现有的 GB/T 534-2014《工业硫酸》、GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》及部分化工企业制定的再生硫酸企业标准，据此确定 DSD 酸生产再生硫酸的检验方法、检验规则，及标志、包装、运输、贮存、安全等方面的要求；

(2) 采用 DSD 酸生产再生硫酸的企业及第三方检测机构对再生硫酸样品的各项技术指标的检测结果，以及下游客户的具体采购要求、下游客户产品的国家及行业标准等，据此确定再生硫酸的技术指标具体要求、数值、范围等。

## 3 国内 DSD 酸生产再生硫酸生产工艺和行业现状

### 3.1 DSD 酸生产再生硫酸生产工艺

**过程酸生产工艺：**将液磺通过焚硫系统转化为三氧化硫，然后在硫酸介质中与对硝基甲苯进行连续磺化反应，待反应到达终点后，将物料打入降温釜、稀释釜进行降温稀释处理，控制稀释后的过程酸浓度在 55%左右。待稀释后的物料降温至一定温度，进行真空抽滤，得到对硝基甲苯邻磺酸固体，滤液即为质量浓度约 55%左右的过程硫酸。工艺流程图如图 1：

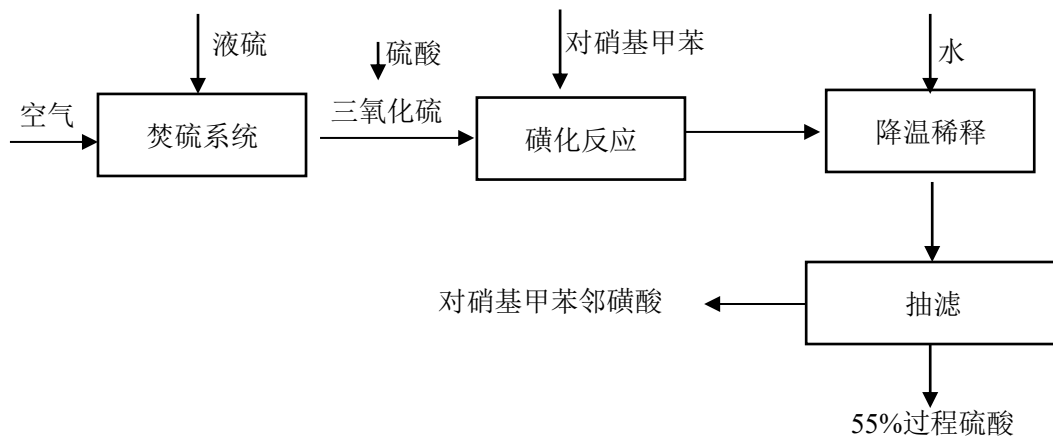


图 1 过程酸生产工艺流程图

**再生硫酸生产工艺：**将过程硫酸按定量打入反应釜，同时加入适当比例氧化剂，然后升温至一定温度，继续滴加适量的氧化剂进行反应，直至过程硫酸外观为无色至淡黄色，经保温、过滤，得到再生硫酸，质量浓度约为 50-55%左右。工艺流程图如图 2：

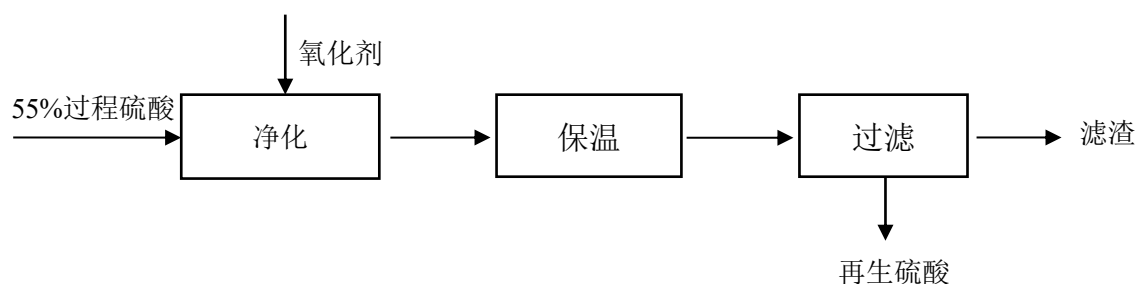


图 2 再生酸生产工艺流程图

### 3.2 DSD 酸生产再生硫酸行业现状

DSD 酸是行业内用于替代致癌物联苯胺类物质的最佳产品，国内外尚无比 DSD 酸安全性更高的可替代中间体。自 1994 年德国政府发布禁止使用以联苯胺为首的 22 种芳香胺和 118 种染料的规定后，其代用染料的研究非常活跃。选用非联苯胺的二氨基化合物来代替联苯胺中间体，避免了联苯胺母体结构而受到更多重视。用二氨基二苯乙烯及其磺酸衍生物制得的环保型染料，具有良好的牢固性能，色泽包括绿、棕、橙、黄、蓝、紫等。由此在近代染料合成中，DSD 酸合成的染料受到人们的欢迎。DSD 酸是合成荧光增白剂的主要原材料，最终应用于造纸、合成洗涤剂、纺织印染等行业，其中造纸和合成洗涤剂行业 DSD 酸消费量占总量的 80%，是影响 DSD 酸市场需求的关键因素。由于国内各地的可支配收入增加、生活水平以及经济状况整体改善，DSD 酸下游产品与其他纸张、纺织物、塑料及消费品的运用需求将会日益增加。

全球 DSD 酸产能 7 万吨，彩客公司 DSD 酸产能是 3.5 万吨，实际产销量全球第一。国内产能 5.5 万吨，都是采用磺化法生产 DSD 酸并产生过程硫酸，每生产 1 吨 DSD 酸，大约产生 1.6 吨过程硫酸，那么整个行业产生过程硫酸约 9 万吨。

由过程硫酸生产的再生硫酸可以用来生产固化剂，固化剂与呋喃树脂用于生产呋喃树脂砂，是铸造工业中理想的砂(型)芯粘结剂，沧州市泊头是中国八大铸造之乡之一，汽车模具企业占全国汽车模具企业总量的 25%。与河北省周边呋喃树脂生产厂家、泊头铸造形成了产业链。

目前国内固化剂的需求量约 50 万吨，吨固化剂需要 0.6 吨以上的再生硫酸，总计有 30 万吨再生酸的需求，所以 9 万吨再生硫酸完全可以被消化掉。

目前国内 DSD 酸行业产生的再生硫酸浓度在 50-55%之间、COD≤6000 mg/L，完全满足下游生产固化剂用户对再生硫酸的使用要求。

### （三）标准制定的主要内容

#### 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

##### 3.1 评价指标的选取

DSD 酸的生产过程包括焚硫、磺化、缩合、还原等工序，再生硫酸在磺化工段产生。理论上，再生硫酸中重金属元素可能来自原料代入、有机杂质的来源可能为磺化工段中使用的原料对硝基甲苯以及在磺化工段中生成的产物对硝基甲苯邻磺酸。为了准确了解 DSD 酸生产再生硫酸的质量情况，由检测机构深圳准诺检测有限公司对再生硫酸样品进行了全项或分项检测，其中外观的检测方法为自然光下目视观察，硫酸(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)、灰分、铁(Fe)、砷(As)、汞(Hg)、铅(Pb)的检测方法按照 GB/T 534—2014 中的规定，样品中的杂质元素（如金属元素铊(Tl)）的检测方法按照 GB/T 30902-2014 中的规定，TOC（以 C 计）、对硝基甲苯邻磺酸采用非分散红外线吸收法/还原—重氮化法进行定性定量分析。检测结果分别见表 1、表 2 和表 3。

表 1 外观、硫酸含量和灰分

检测项目 编号	外观	$\omega$ (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ) /%	$\omega$ (灰分) /%
样品 1	无色透明液体	53.6	0.238
样品 2	无色透明液体	52.5	0.0534
样品 3	无色透明液体	53.2	0.0259
样品 4	淡黄色液体	53.75	0.0472
样品 5	淡黄色液体	54.71	0.0339
样品 6	淡黄色液体	55.45	0.0762
样品 7	淡黄色液体	54.90	0.0390
样品 8	无色透明液体	54.13	0.0757
数据来源：准诺			

表 2 金属元素含量

检测项目 编号	样品 1	样品 2	样品 3
$\omega$ (Fe) /%	0.00844	0.00770	0.00614
$\omega$ (As) /%	<0.000003	<0.000003	<0.000003
$\omega$ (Pb) /%	0.0000103	0.0000128	0.0000219
$\omega$ (Hg) /%	0.0000004	<0.0000004	<0.0000004
$\omega$ (Tl) /%	0	0	0
$\omega$ (Mn) /%	0.000107	0.0000970	0.0000814
$\omega$ (Cr) /%	0.000129	0.000117	0.000917
$\omega$ (Al) /%	0.00120	0.00113	0.000975
数据来源：准诺			

表 3 TOC、对硝基甲苯邻磺酸含量

检测项目 编号	TOC (g/L)	$\omega$ (对硝基邻磺酸含量) /%
样品 1	2.45	0.26
样品 2	2.47	0.27
样品 3	2.46	0.26
样品 4	2.34	0.33
样品 5	2.80	0.37
样品 6	2.84	0.40
样品 7	2.89	0.42
样品 8	2.03	0.29
数据来源：准诺		

从表 1 可以看出,各样品中回收硫酸外观颜色有一定差异,但基本介于无色至淡黄色之间;硫酸含量在 50%~60%、灰分为 0.02%~0.08%,根据调研,目前该产品含量、灰分完全能够满足下游树脂砂的生产要求;表 2 金属含量结果显示,砷、铅、汞质量分数小于  $10^{-7}$ ,铊质量分数低于检出限,锰、铬质量分数均小于  $10^{-6}$ ,虽然铁和铝含量相对较高,但是对下游用户生产固化剂没有影响,故这几种金属均不纳入本次标准的指标范围;表 3 中有机物检测结果显示,总有机碳 TOC(以 C 计)含量在 2.0~3.0 g/L,对硝基甲苯邻磺酸的含量在 0.2~0.5%,为了控制反应转化率和分离效率,从而确保 DSD 酸生产再生硫酸的下游应用,故将二者纳入本次标准的指标范围。

综上所述,依据国内 DSD 酸生产再生硫酸的产品质量情况以及用户对产品的使用要求,同时经过 DSD 酸生产再生硫酸厂家及相关企业的协商和讨论,拟定 DSD 酸生产再生硫酸技术指标设置的项目及基准值见表 4。

**表 4 DSD 酸生产再生硫酸技术要求**

项 目	要 求
外观	无色至淡黄色液体
硫酸(H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ) 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

### 3.2 指标基准值的确定

本标准中再生硫酸技术指标的限定数值的确定,是根据 DSD 酸生产再生硫酸的浓度特点,结合下游用户对再生硫酸杂质情况的要求,参考 GB/T 534-2014《工业硫酸》国家标准,以及第三方检测机构对再生硫酸样品的各项技术指标的检测结果的基础上形成的。标准中具体指标基准值的确定依据如下:

#### (1) 外观、硫酸含量、灰分含量基准值

此项内容主要根据 DSD 酸生产再生硫酸的外观、浓度、灰分特点,结合下游用户对再生硫酸杂质情况的要求确定。

#### (2) TOC(以 C 计)、对硝基甲苯邻磺酸含量基准值

理论上,回收硫酸中有机杂质主要来源于磺化工段中的原料对硝基甲苯、该工段的产物对硝基甲苯邻磺酸以及其他可能生成的有机物。根据检测报告,回收硫酸中 TOC(以 C 计)含量在 2.0~3.0 g/L,主要为对硝基甲苯邻磺酸。考虑到有机物分离难度以及下游用户对回收硫酸中有机物含量的要求(回收硫酸中的有机物有利于下游企业生产固化剂),确定指标水平的基准值时,以当前国内 80%的 DSD 酸企业达到该水平为取值原则,故将 TOC(以 C 计)、对硝基甲苯邻磺酸的基准值分别定为 2.8 g/L、0.4%。



## 4 试验方法

### 4.1 外观

在自然光下目视观察。

### 4.2 硫酸含量的测定

按照 GB/T 534-2014 中 5.2 的规定执行。

### 4.3 灰分含量的测定

按照 GB/T 534-2014 中 5.4 的规定执行。

### 4.4 TOC (以 C 计)

#### 4.4.1 测定原理

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。

#### 4.4.2 试剂

4.4.2.1 无二氧化碳水

4.4.2.2 邻苯二甲酸氢钾

4.4.2.3 硫酸溶液: 1+1

4.4.2.4 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℃~120℃ 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℃ 可保存 2 个月。

4.4.2.5 有机碳标准使用液 (100 mg/L): 吸取有机碳标准贮备液 (见 4.4.2.4) 50.00 mL, 定容于 200 mL 容量瓶, 摇匀。在 4℃ 条件下贮存可稳定保存一周。

#### 4.4.3 仪器和设备

4.4.3.1 非分散红外吸收 TOC 分析仪

4.4.3.2 一般实验室常用仪器

#### 4.4.4 分析步骤

4.4.4.1 调试仪器。

4.4.4.2 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 (见 4.4.2.5), 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 4.4.4.4 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。

4.4.4.3 空白试验

用无二氧化碳水代替试样, 按 4.4.4.4 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。

4.4.4.4 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。

#### 4.4.5 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，按式（1）计算：

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

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。

#### 4.4.6 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。

### 4.5 对硝基甲苯邻磺酸含量的测定

#### 4.5.1 对硝基甲苯邻磺酸含量的测定（化学法）

##### 4.5.1.1 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。

##### 4.5.1.2 试剂与溶液

4.5.1.2.1 锌粉，分析纯。

4.5.1.2.2 氢氧化钠，分析纯。

4.5.1.2.3 盐酸溶液：30% (m/m)。

4.5.1.2.4 溴化钾溶液：100 g/L。

4.5.1.2.5 亚硝酸钠标准滴定溶液：[C(NaNO<sub>2</sub>)=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。

4.5.1.2.6 淀粉-碘化钾试纸。

##### 4.5.1.3 仪器与设备

4.5.1.3.1 电子天平：精确至 0.0001 g。

4.5.1.3.2 回流装置：500 mL。

4.5.1.3.3 磁力搅拌器。

4.5.1.3.4 滴定管，10 mL。

##### 4.5.1.4 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。

#### 4.5.1.5 结果计算

对硝基甲苯邻磺酸的质量分数  $\omega_1$  (%), 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 [ $c(\text{NaNO}_2)=1.000$  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。

#### 4.5.2 对硝基甲苯邻磺酸含量的快速测定 (分光光度法)

##### 4.5.2.1 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

##### 4.5.2.2 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。

##### 4.5.2.3 结果计算

对硝基甲苯邻磺酸的质量分数  $\omega_2$  (%), 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;

$m_2$ —称量样重量, 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。

#### 4.5.2.4 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:

$\omega_3$ -----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

本部分对再生硫酸的检验分类、组批规则和采样方案以及判定规则做了相关的规定。

## 6 标志、标签和随行文件

本部分根据相关规定以及再生硫酸的特性对标志、标签和随行文件做了相关的规定。

## 7 包装、运输和贮存

本部分根据相关规定以及再生硫酸的特性,对包装、运输和贮存做了相关的规定。

## 8 安全

本部分根据相关规定以及再生硫酸的特性对安全做了相关规定。

### (四) 标准技术论证及预期的社会、经济效果

#### 1 技术论证

生产再生硫酸工艺路线为三氧化硫在硫酸介质中与对硝基甲苯进行磺化反应,反应物稀释、过滤,得到固体产品对硝基甲苯邻磺酸与过程硫酸。磺化反应采用了连续化工艺自动控制,降低了反应风险,产品品质稳定,过程硫酸质量分数均在 55% ( $\pm 1\%$ )。

净化工艺选用的氧化剂,将过程酸中残留的对硝基甲苯邻磺酸和杂质氧化分解掉,降低了酸的 COD 约 50-60%,改善了酸的外观,也不会对再生硫酸产生二次污染。

## 2 预期社会、经济效果

目前全国有 5 家 DSD 酸生产企业，生产过程中副产硫酸每年约 9 万吨左右。副产的硫酸浓度约 50-55%，尚有很大的利用价值，最终可用于生产呋喃树脂砂，再生硫酸标准的建立，有利于规范化经营及市场的拓展，以 50 元/吨计，潜在经济效益可达 450 万元/年。

同时，再生硫酸标准的建立使得原先的副产物有了合理的去处，既避免了化学废弃物公司处理所造成的极大的资源浪费，也减轻了生产企业的负担；同时废硫酸排放的减少，符合国家绿色环保、可持续发展的政策，资源再利用的实现，又能够满足下游用户的要求，降低下游产品的成本。

### （五）采用国际标准和国外先进标准的程度，以及与国际、国外同类标准水平的对比情况

化工行业团体标准《DSD 酸（4, 4' -二氨基二苯乙烯-2, 2' -二磺酸）生产再生硫酸》中产品的技术指标符合我国的实际生产情况，能够满足国内 DSD 酸生产再生硫酸的市场需要，其全部项目的检测方法均不同程度地采用了国家标准或国内先进标准。综合考量，该标准达到了国内先进水平。

### （六）与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

与现行有关法律、法规和强制性国家标准等并无冲突。

### （七）重大分歧意见的处理经过和依据

本次制定《DSD 酸（4, 4' -二氨基二苯乙烯-2, 2' -二磺酸）生产再生硫酸》团体标准未出现重大分歧意见，对于标准内容的制定部分，起草单位和其他各相关单位均通过函电、会议等方式达成了一致意见。

### （八）贯彻标准的要求和措施建议

自公布实施之日起，建议 DSD 酸生产再生硫酸的生产和使用单位、质检机构及生产许可证审查办公室等行政部门按本团体标准的规定执行，本标准的使用者应同时遵守本标准的规范性引用文件。

**(九) 废止现行有关标准的建议**

没有现行相关标准需要废止。

**(十) 其他应予以说明的事项**

无。