

ICS 71.060.30  
G 11

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5570—2019

---

### 离子交换树脂生产回收硫酸

Recycled sulphuric acid from ion exchange resin production

2019-11-11 发布

2020-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会硫和硫酸分技术委员会（SAC/TC63/SC7）归口。

本标准起草单位：中国硫酸工业协会、中国膜工业协会离子交换树脂分会、天津南开和成科技有限公司、中石化南京化工研究院有限公司、深圳准诺检测有限公司、宁波争光树脂有限公司、江苏苏青水处理工程集团有限公司、淄博东大化工股份有限公司、扬州金珠树脂有限公司、环境保护部固体废物与化学品管理技术中心、苏州市质量技术监督综合检验检测中心。

本标准主要起草人：李崇、王继文、王佳兴、于浩峰、李关侠、何艺、郭瑞、胡锦强、蔡小华、郭汉法、于卫东、杨晶、廖康程、丁洪流、邱爱玲。

# 离子交换树脂生产回收硫酸

警示：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

本标准规定了离子交换树脂生产回收硫酸的技术要求、试验方法、检验规则、标志、标签和随行文件、包装、运输和贮存。

本标准适用于离子交换树脂生产过程中回收的硫酸。本产品一般用于工业酸洗等工业生产。

## 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—2014 工业硫酸
- 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

## 3 技术要求

离子交换树脂生产回收硫酸的技术要求应符合表 1 的规定。

表 1 离子交换树脂生产回收硫酸的技术要求

项 目	要 求
外观	棕色至深棕色液体，无机械杂质和沉淀
硫酸 (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ), w/%	≥ 60.0
1,2-二氯乙烷 (DCE), w/%	≤ 0.06
灰分, w/%	≤ 0.20
砷 (As), w/%	≤ 0.005
铅 (Pb), w/%	≤ 0.02
汞 (Hg), w/%	≤ 0.01

## 4 试验方法

### 4.1 一般规定

本标准中所用的试剂和水，除 1,2-二氯乙烷质量分数的测定中使用的为二级水外，均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。

### 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 1,2-二氯乙烷质量分数的测定

#### 4.4.1 原理

将待测样品置于密封顶空瓶中，在一定温度下经一段时间平衡，样品中 1,2-二氯乙烷逸至上部空间，并在气液两相中达到平衡。此时，1,2-二氯乙烷在气相中浓度与它在液相中浓度成正比。用带有电子捕获检测器（ECD）的气相色谱仪对样品中 1,2-二氯乙烷的浓度进行测定，根据保留时间定性，以外标法定量。

#### 4.4.2 试剂和材料

##### 4.4.2.1 甲醇：色谱纯。

##### 4.4.2.2 1,2-二氯乙烷标准溶液：1 000 mg/L。

##### 4.4.2.3 1,2-二氯乙烷标准溶液：100 mg/L。

在 10 mL 容量瓶中加入一定量甲醇，然后用微量进样器准确量取 1.00 mL 1,2-二氯乙烷标准溶液（见 4.4.2.2）至 10 mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度线，混匀。避光条件下冷藏储存，可在 2℃～5℃ 保存 1 个月。

##### 4.4.2.4 载气：高纯氮，纯度 99.999%（体积分数）。

#### 4.4.3 仪器设备

4.4.3.1 气相色谱仪：配置电子捕获检测器（ECD），整机灵敏度和稳定性符合 GB/T 9722 中的有关规定。仪器的线性范围应满足定量分析要求。推荐的色谱操作条件和典型色谱图见附录 A。

4.4.3.2 自动顶空进样器：温度控制范围为 35℃～210℃。

4.4.3.3 微量进样器：10 μL，50 μL，100 μL，250 μL。

4.4.3.4 气密性针：1 mL。

4.4.3.5 棕色样品瓶：1 mL，具聚四氟乙烯衬垫和实心螺旋盖。

4.4.3.6 顶空瓶：螺旋口或钳口顶空瓶，具密封盖（螺旋盖或一次使用压盖）和密封垫（硅橡胶、

丁基橡胶或氟橡胶材料)。

#### 4.4.3.7 顶空瓶压盖器。

#### 4.4.4 试验步骤

##### 4.4.4.1 工作曲线的绘制

4.4.4.1.1 取 5 个 10 mL 容量瓶,加入一定量试验用水,然后依次加入 1,2-二氯乙烷标准溶液(见 4.4.2.3) 10.0  $\mu$ L、20.0  $\mu$ L、50.0  $\mu$ L、100.0  $\mu$ L、200.0  $\mu$ L,用试验用水定容至刻度线,混匀,配制成浓度分别为 100  $\mu$ g/L、200  $\mu$ g/L、500  $\mu$ g/L、1 000  $\mu$ g/L、2 000  $\mu$ g/L 的标准系列溶液。准确吸取 5.00 mL 标准系列溶液,加到顶空瓶中,待测。

4.4.4.1.2 启动气相色谱仪,按附录 A 所列色谱操作条件调试仪器。基线平稳后进行测定,用气相色谱仪测量上述标准系列溶液的峰面积。以 1,2-二氯乙烷的浓度为横坐标、峰面积为纵坐标,绘制工作曲线。工作曲线的线性相关系数应不小于 0.995。

4.4.4.1.3 每个工作日应测定曲线中间点溶液,来检验工作曲线。

##### 4.4.4.2 样品测定

准确称取 2 g 样品,精确至 0.001 g。小心缓慢移入已盛有少量水的 1 000 mL 容量瓶中,冷却后用水稀释至刻度,摇匀。准确移取 5.00 mL 样品溶液,置于顶空样品瓶中,将顶空样品瓶放入顶空进样器的样品盘中,启动顶空进样器和气相色谱仪系统,按附录 A 所列色谱操作条件调试仪器。基线平稳后对样品溶液进行测定。根据测得的 1,2-二氯乙烷的峰面积,由工作曲线查到样品中 1,2-二氯乙烷的浓度。当样品浓度超出工作曲线线性范围时,将样品稀释至工作曲线线性范围内再测定。

#### 4.4.5 试验结果计算

样品中 1,2-二氯乙烷质量分数  $w$ ,按公式(1)进行计算:

$$w = \frac{c \times 1\,000 \times 10^{-3} \times 10^{-6}}{m} \times 100\% = \frac{c \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$c$ ——样品溶液中 1,2-二氯乙烷的浓度的数值,单位为微克每升( $\mu$ g/L);

$m$ ——样品的质量的数值,单位为克(g)。

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相对偏差不大于 10%。

#### 4.4.6 灵敏度

推荐条件下,该检测方法的最低检出限为 1.29  $\mu$ g/L。

#### 4.5 灰分质量分数的测定

按照 GB/T 534—2014 中 5.4 的规定执行。

#### 4.6 砷质量分数的测定

按照 GB/T 534—2014 中 5.6 的规定执行。

#### 4.7 铅质量分数的测定

按照 GB/T 534—2014 中 5.7 的规定执行。

#### 4.8 汞质量分数的测定

按照 GB/T 534—2014 中 5.8 的规定执行。

### 5 检验规则

#### 5.1 检验分类

离子交换树脂回收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，其中外观、硫酸质量分数为出厂检验项目。

正常生产情况下，每个季度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

按照 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

检验结果按照 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

每批出厂的回收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：生产企业名称和地址、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

回收硫酸应用内衬耐酸、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

回收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，防止雨淋、日晒。

## 7.3 贮存

回收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做相应防腐处理的材质。





**附 录 A**  
(规范性附录)  
**典型色谱操作条件和典型色谱图**

**A.1 顶空进样器参考条件**

离子交换树脂生产回收硫酸中 1,2-二氯乙烷含量测定推荐的顶空进样器参考条件见表 A.1。

**表 A.1 推荐的顶空进样器参考条件**

项 目	条 件
顶空进样器加热温度	60 ℃
进样针温度	65 ℃
传输线温度	80 ℃
六通阀温度	70 ℃
气相色谱循环时间	25 min
样品瓶加热平衡时间	30 min
压力平衡时间	1 min
充样时间	0.20 min
充样平衡时间	0.05 min
进针时间	0.20 min
清扫时间	1.00 min

**A.2 推荐的色谱操作条件**

离子交换树脂生产回收硫酸中 1,2-二氯乙烷含量测定推荐的色谱操作条件见表 A.2。

**表 A.2 推荐的色谱操作条件**

项 目	条 件
毛细管色谱柱	30 m×0.32 mm×0.25 μm (柱长×柱内径×液膜厚度)
固定相	5%二苯基-95%二甲基聚硅氧烷
汽化室温度	230 ℃
程序升温	初温 30 ℃, 保持 5 min, 升温速率 5 ℃/min, 终温 100 ℃
检测器温度	280 ℃
载气流速	1 mL/min
分流比	20 : 1
尾吹气	60 mL/min

### A.3 典型色谱图

离子交换树脂生产回收硫酸中 1,2-二氯乙烷含量测定空白溶剂和样品的典型色谱图分别见图 A.1 和图 A.2。

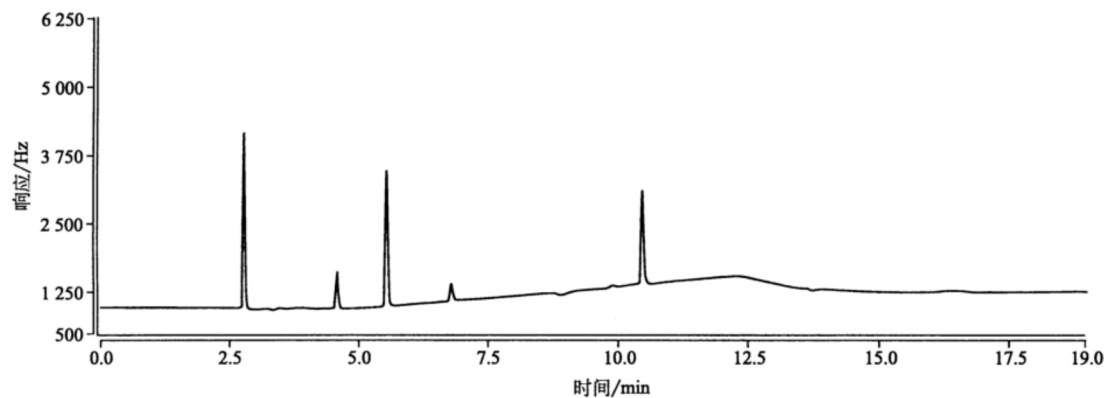
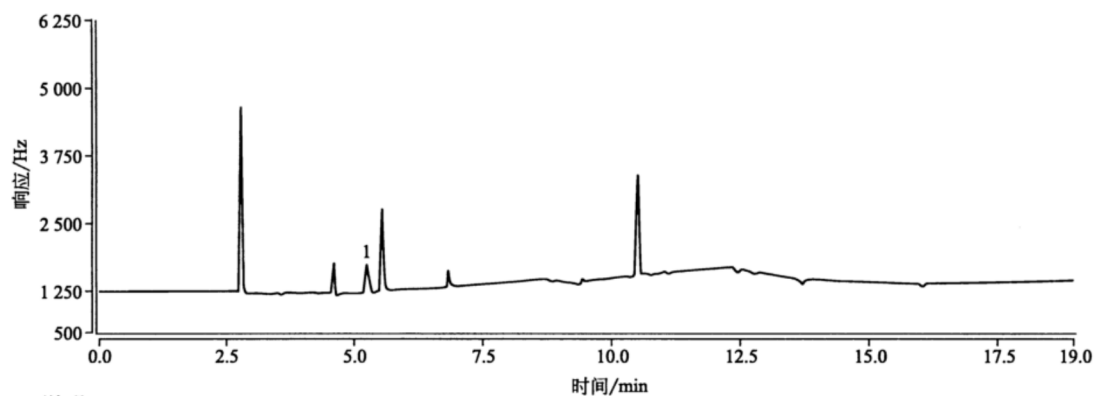


图 A.1 离子交换树脂生产回收硫酸中 1,2-二氯乙烷含量测定空白溶剂的典型色谱图



说明：

1——1,2-二氯乙烷（保留时间 6.469 min）。

图 A.2 离子交换树脂生产回收硫酸中 1,2-二氯乙烷含量测定样品的典型色谱图