

团体标准

T/CSAIA XX-XXXX

磺化炭 Sulfonated charcoal

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中国硫酸工业协会 发布

目录

前 言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 要求	2
5 试验方法.....	4
6 检验规则.....	6
7 标志、标签、包装和贮存.....	8
附录 A	9

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。

本文件由中国硫酸工业协会提出并归口。

本文件起草单位：山东鲁北化工股份有限公司、中国科学院过程工程研究所、北京中富瑞科环保科技有限公司。

本文件主要起草人：

磺化炭

警告：本文件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。本文件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

本文件规定了磺化炭的适用范围、技术要求、试验方法、检验规则及标志、标签、包装、贮存等要求。

本产品一般适用于使用工业硫酸、有机废硫酸（限于烷基化废硫酸、磺化废硫酸、硝化废硫酸、气体净化等有机废硫酸）等处理生物质、抗生素菌渣、废有机树脂、酸焦油等有机废弃物得到的磺化炭材料产品，产品适用于酸催化、吸附、炭基复合肥等领域。

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/T 483	煤炭分析试验方法一般规定
GB 5085	危险废物鉴别标准
GB/T 6679	固体化工产品采样通则
GB/T 12496.7	木质活性炭试验方法 pH 值的测定
GB/T 23349	肥料中砷、镉、铅、铬、汞生态指标
GB/T 32952	肥料中多环芳烃含量的测定 气相色谱-质谱法
HJ 891	固体废物 多氯联苯的测定 气相色谱-质谱法

3 术语和定义

3.1

磺化炭 **Sulfonated carbon**

通过磺化非晶碳材料得到的 C-PhSO₃H 或 C-SO₃H 形成共价功能化 SO₃H 基团的碳材料。

3.2

氧碳摩尔比 **Oxygen-Carbon Molar Ratio** **O/C**

氧原子与碳原子摩尔数的比值。

3.3

有机废硫酸 organic waste sulfuric acid

指以硫酸为原料、辅料、反应介质进行有机化工生产活动中（后），形成或生成的丧失原有利用价值或者虽未丧失利用价值但无法重复使用而抛弃或者放弃的并同时含有机物和未反应完全的硫酸或残留硫酸的混合液体。

3.4

生物质 Biomass

指农林业生产和加工过程中废弃物的生物质，包括种植业废弃物、林业废弃物和养殖业废弃物。

3.5

酸焦油 Acid tar

指石油化工、煤化工、矿物油再生过程中产生的含酸焦油。

4 要求

4.1 外观：黑色粉末状颗粒。

4.2 磺化炭应符合表 1 要求

表 1 磺化炭通用技术要求

项 目	指标	检测方法
水分含量，%	<12	5.2
总碳（C），%	≥40	附录 A
氧碳摩尔比（O/C）	≥0.2	5.7
硫含量，%	≥2	附录 A
石油烃总量，%	≤0.25	GB 5085.6

4.3 催化用磺化炭

表 2 催化用磺化炭技术要求

项 目	指标	检测方法
pH	4~7	GB/T 12496.7
总酸量, mmol/g	≥ 1.5	5.3
硫含量, %	≥ 3	附录 A

4.4 吸附用磺化炭技术要求

表 3 吸附用磺化炭技术要求

项 目	指标	检测方法
比表面积	≥ 1	GB/T 7702.21

4.5 炭基复合肥用磺化炭技术要求

表 4 炭基复合肥用磺化炭技术要求

项 目	指标	检测方法
石油烃总量, %	≤ 0.25	GB 5085.6
氯含量, %	≤ 3	GB/T 3558
酸碱度 (PH)	与用户协商	GB/T 12496.7
砷 (As), mg/kg	≤ 13	GB/T 23349
镉 (Cd), mg/kg	≤ 0.3	GB/T 23349
铅 (Pb), mg/kg	≤ 50	GB/T 23349
铬 (Cr), mg/kg	≤ 90	GB/T 23349
汞 (Hg), mg/kg	≤ 0.5	GB/T 23349
PAHs, mg/kg	≤ 6	GB/T 32952
苯并[a]芘	≤ 0.55	GB/T 32952
PCBs, mg/kg	≤ 0.2	HJ 891

4.6 其他要求

具有腐蚀性、毒性、易燃性、反应性等任何一种危险特性的固体废物为原料, 产品依据 GB

5085.1~GB 5085.6 进行鉴别，危险特性要消除。

5 试验方法

5.1 感官

将磺化炭样品置于白纸上，在光线充足的环境下用目视鼻嗅的方法观测判定。。

5.2 水分含量的测定

5.2.1 方法提要

一定质量的试样，在(105±5)℃下干燥至恒重，以质量减少量占原试样质量的百分数作为水分含量。

5.2.2 仪器

5.2.2.1 电热恒温干燥箱：带有自动调温装置，并附有鼓风机或自然通风装置。

5.2.2.2 分析天平：感量 0.1mg。

5.2.2.3 干燥器：内装干燥剂(未潮解的块状氧化钙或硅胶)。

5.2.2.4 称量瓶：规格为Φ70 mmX35 mm 。

5.2.3 操作方法

称取 1g~5g(称准至 0.1 mg) 试样(颗粒小于 1mm 或过 18 目筛)，放入预先干燥至恒重的称量瓶中，试样在称量瓶底面厚度均匀。置于温度调节至(105±5)℃的电热恒温干燥箱内，干燥 3 h-4 h，取出，放入干燥器中，冷却至室温(大约需 30 min) 后称量。

然后进行检查性试验，每次干燥时间为 30 min，直到试样的减量量小于 0.005 g 或质量增加时为止。后一种情况下，应采用增重前的一次质量作为计算的依据。

5.2.4 结果计算

磺化炭水分含量测定结果按式(1)计算：

$$w = \frac{m - m_1}{m - m_2} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

w —式样的水分含量，%；

m —干燥前试样加称量瓶的质量，单位为克(g)；

m_1 —干燥后试样加称量瓶的质量，单位为克(g)；

m_2 —称量瓶的质量，单位为克（g）。

5.2.5 允许误差

水分含量的两次平行测定结果误差不得超过 0.2%。

5.3 总酸量测定

5.3.1 方法原理

酸碱滴定法

5.3.2 仪器

250ml 锥形瓶：1 只；

振荡器：1 台；

过滤装置：1 套。

5.3.3 操作方法

称取试样 0.5g，加入 100ml 的 0.2mol/L 的 NaOH 溶液，在超声振荡仪中振荡 30min，然后过滤，滤液用 0.1mol/L 的 H₂SO₄ 溶液进行滴定，同样以酚酞作为指示剂。计算得到催化剂的总酸量。平行测定三次，取平均值。

5.3.4 计算

磺化炭总酸量含量测定结果按式（2）计算：

$$C = (C_0 * V / m) * 10^{-3} \quad (2)$$

式中：

C-磺化炭的总酸量（mmol/g）；

C₀-酸溶液的浓度（mol/L）；

m-试验的重量（g）。

5.3.5 允许误差

总酸含量的三次平行测定结果误差不得超过 0.2%。

5.4 总碳含量

按附录 A 规定执行。

5.5 硫含量

按附录 A 规定执行。

5.5 pH 值

按 GB/T 12496.7 进行测定。

5.6 总氧含量

氧含量为计算值，以质量百分数表示，按式（2）计算：

$$O=100-C-H-N-S \quad (2)$$

式中：

O——氧含量的质量百分数（以烘干基计），%；

C——碳含量的质量百分数（以烘干基计），%；

H——氢含量的质量百分数（以烘干基计），%；

N——氮含量的质量百分数（以烘干基计），%；

S——硫含量的质量百分数（以烘干基计），%；

5.7 氧碳摩尔比

按附录 A 测得氧元素质量百分数与总碳质量百分数，折算为摩尔数后计算比值。

5.8 砷、镉、铅、铬、汞含量测定

肥料中的重金属按按 GB/T 23349 规定执行。

5.9 多环芳烃（PAHs）

按 GB/T 32952 规定执行。

5.10 苯并[a]芘

按 GB/T 32952 规定执行。

5.11 多氯联苯（PCBs）

按 HJ 891 规定执行。

5.12 石油烃总量

按照 GB 5085.6 规定执行。

6 检验规则

6.1 组批规则与抽样方法

6.1.1 组批规则

原料及生产条件基本一致，同一天或同一班组生产的产品为一批，按批号抽样。

6.1.2 抽样方法

6.1.2.1 磺化炭按同一批次随机抽取，每个抽检质量不少于 1000g；

6.1.2.2 散装运输时，于装卸之始、中间和最后阶段分三次按总量的 3%–5% 均分采样，汇集后混合均匀，按四分法缩分取总样品。包装运输时，在垛高 1/4 或 3/4 处的两个水平面上各取三点，按总包装件数的 3%–5%均分整包采样(取样点距离表面至少 0.5 m) ，汇集后混合均匀，按四分法缩分取总样品。

6.1.2.3 总样品用于检验时，均匀混合，立即均分后，分别装入三个清洁干燥的广口瓶内，随即贴上标签。标签内容包括：样品名称及样品编号、生产单位、炭种、批号、等级、采样日期、采样人姓名。一瓶供作分析试验，一瓶供作水分含量测定，一瓶保存两个月以备复检和仲裁分析用。

6.2 检验

产品检验分为出厂检验和型式检验。

6.2.1 出厂检验

每批产品应进行出厂检验。出厂检验由生产单位质检部门执行，也可委托第三方检验机构。检验项目为感官、净含量偏差、水分。

6.2.2 型式检验

型式检验的检验项目为本标准规定的全部项目。

有下列情况之一时应进行型式检验：

- a) 长期停产，恢复生产时；
- b) 原料变化或改变主要生产工艺，可能影响产品质量时；
- c) 国家质量监督机构提出进行型式检验要求时；
- d) 出厂检验与上次型式检验有较大差异时；
- e) 正常生产时，每年至少一次的周期性检验。

6.3 判定规则

检验结果有一项不符合本标准要求时，按 GB/T6679 的规定自同批产品中重新抽取双倍量样品，对不合格项目进行复检。复检结果如仍不符合表 1 规定时，则判定该产品不合格。

7 标志、标签、包装和贮存

7.1 标志、标签

产品标志或标签应包括以下内容：产品名称及商标、型号规格、净含量、执行标准、生产日期、质量等级、生产企业名称、产地、厂址等。

7.2 包装、贮存

产品包装应牢固、整洁、防潮，同一批产品包装材料、规格型号、净重等应一致。合同另有规定的，按合同规定执行。产品贮存于阴凉通风、干燥的库房内，应远离火源并防止日晒雨淋。

附录 A

(规范性附录)

磺化炭中碳、氢、氮、硫含量的测定方法 元素分析仪法

A.1 方法原理

试样中的碳、氢、氮和硫元素在通入氧气的高温燃烧管中发生燃烧反应生成相应的气体（CO₂、H₂O、N₂/NO_x、SO_x），在载气的推动下进入分离检测单元后，检测并计算出试样中碳、氢、氮和硫的质量分数。

A.2 仪器设备

A.2.1 分析天平，感量为0.01 mg；

A.2.2 元素分析仪，主要组成及其附件应满足的条件如下：

- a) 燃烧系统：燃烧温度及燃烧时间可调，以保证生物炭样品能充分燃烧；
- b) 处理系统：应能滤除各种对测定有影响的因素，并可将NO_x 和SO_x 全部还原为N₂ 和SO₂，必要时，应有特定的程序将各元素的燃烧产物分离以便分别检测或过滤；
- c) 检测系统：用于检测二氧化碳、水、氮气和二氧化硫的量，如非色散红外检测器、热导池检测器等；
- d) 控制系统：主要包括分析条件选择设置、分析过程的监控和报警中断、分析数据的采集、计算、校准处理等程序。

A.3 试剂

A.3.1 载气：选用仪器说明书指定的氦气或其他适合的气体。

A.3.2 氧气：选用仪器说明书指定的氧气。

A.3.3 试剂：选用仪器说明书指定的试剂。

A.3.4 校准物质：基准试剂。使用前干燥至质量恒定。

A.4 测定

A.4.1 试样处理

将风干后的样品用玛瑙研钵迅速研磨至全部通过Φ0.15 mm标准筛，混合均匀后，在电热恒温

干燥箱中于60 ℃干燥4 h，储存于干燥器中备用。

A. 4. 2 测定

做两份试样的平行测定。

根据仪器使用说明运行开机程序。

选择与测定样品和测定元素相匹配的标准样品和标准曲线。

根据所用仪器的元素测试范围，用锡箔纸称取合适的试样量。

输入试样名称和质量。

将称好的标准样品和待测试样装入进样盘中，运行分析程序，空白和标准样品测定值符合质量要求后，开始分析试样至分析完成，计算机自动采集数据。

A. 5 结果表述

试样中碳、氢、氮、硫含量（以烘干基的质量分数计，%）以两次平行测定结果的平均值，按照GB/T 483 规定修约到0.01%报出。

A. 6 允许差

试样中碳、氢、氮和硫含量（以烘干基的质量分数计，%）平行测定结果的相对差应 $<10\%$ ；相对相差为两次测量值相差与两次测量值均值之比。