

《硫酸生产用粗硫磺》

编制说明

（征求意见稿）

标准编制组

2023年9月

（一）工作简况

1 任务背景

近几年，我国硫酸产量和消费量快速增长。据中国硫酸工业协会统计，我国硫酸产量从2010年的7030万吨增长到2022年的1.07亿吨，占全球硫酸总产量的34.9%；硫酸消费量从2010年的7170万吨增长到2022年的1.036亿吨，占全球硫酸总消费量的33.6%。硫酸广泛应用于制造肥料、药物、炸药、颜料、洗涤剂、蓄电池等，以及净化石油、金属冶炼以及染料等工业。

在我国硫酸生产中，硫磺制酸产量占比超过40%，而硫磺制酸工艺会产生不同程度的硫磺渣，这些硫磺渣在硫磺制酸行业不能再次使用，但对硫铁矿制酸来说为一等品的原料，因其含有大量硫，如果将其按固废处理，势必造成资源的浪费。同时，我国硫磺对外依存度很高，每年需大量进口硫磺，据统计，2022年我国进口硫磺764.7万吨，对外依存度45.2%。如果能将硫磺渣通过资源化利用制成硫酸，不仅可以保护环境，也可以加强我国硫资源的保障力度，促进产业链良性发展。

目前对硫磺渣利用最多的技术路线是将硫磺渣与硫铁矿一起掺烧制硫酸，但其利用和处置过程中缺乏相关质量和技术标准，所以亟待相关标准来规范其技术要求、试验方法、检验规则及标志、运输、贮存和安全等，保障其资源化利用。

本标准规定了硫酸生产用粗硫磺的技术要求、检验、运输贮存等过程中的相关要求，可作为建设项目环境影响评价、环境保护设施设计与施工、建设项目环境保护验收及建成后运行与管理的技术依据。

2 任务来源

根据“关于《硫磺制酸生产回收硫磺》团体标准正式立项的通知（中硫协[2022]15号）”的要求编制《硫磺制酸生产回收硫磺》，计划号：CSAIA2022007，牵头单位：天津环渤新材料有限公司。

注：经专家讨论，将标准名称修改为《硫酸生产用粗硫磺》。

3 主要工作过程

1) 2022年6月：由天津环渤新材料有限公司向中国硫酸工业协会提交了团体标准立项申请材料，并通过了立项审查会，于2022年6月正式立项；

2) 2022年7月~12月：针对硫磺渣产生情况开展了广泛的调研，并查阅了大量相关的标准、规范，为标准的编制奠定基础；

3) 2023年1月~2023年8月：根据前期调研工作，协会与标准起草单位、参与单位沟通后，确定了硫磺渣样品检测的工作方案，于2023年3月正式开始样品检测工作。检测方案确定了样品检测工作流程，选取8家企业，邮寄企业硫磺渣的样品至第三方检测机构（深圳准诺检测有限公司）。根据对样品检测结果的整理和分析，确定了标准技术要求指标，并

完成了标准讨论稿。

4) 2023年8月15日,中国硫酸工业协会组织召开了该标准的线上讨论会(腾讯会议号:231 554 739),会上对标准和编制说明文本进行了充分讨论,专家建议将标准名称更改为《硫酸生产用粗硫磺》,并增加“氟”的指标要求,调整“硫含量、酸度”的指标要求,会上对标准文本中的其他内容进行了讨论,会后由起草单位根据专家意见对标准文本进行修改,完成征求意见稿并公开征求意见。

(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,对硫酸生产用粗硫磺的技术指标和要求作出相应的规定。

(3) 适用性

制定的硫酸生产用粗硫磺产品的技术指标,应满足下游用户的生产要求,并且不与其它相同应用的标准发生冲突,同时最大程度地利用粗硫磺,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 2449.1-2021《工业硫磺 第1部分:固体产品》、HG/T 2786-1996《硫铁矿和硫精矿》、YS/T 337-2021《硫精矿》等标准,确定硫酸生产用粗硫磺的技术要求、检验规则及标志、标签和随行文件,包装、运输和贮存,安全的要求。

(2) 使用粗硫磺的企业及第三方检测机构对粗硫磺样品各项技术指标的检测结果,以及下游客户的具体采购要求、相关国家及行业标准等,确定硫酸生产用粗硫磺技术指标的具体要求、数值、范围等。

（三）标准制定的主要内容

1 主要内容

本标准主要包括：

- （1）范围
- （2）规范性引用文件
- （3）术语和定义
- （4）技术要求
- （5）试验方法
- （6）检验规则
- （7）标志、标签和随行文件
- （8）包装、运输和贮存
- （9）安全

2 范围

本文件规定了硫酸生产用粗硫磺的技术要求、试验方法、检验规则及标志、标签和随行文件，包装、运输和贮存，安全的要求。

本文件适用于以硫铁矿为原料或硫铁矿与其他各类含硫原料掺烧生产硫酸用粗硫磺。

3 规范性引用文件

本部分列出了在本标准中所引用的国家标准和行业标准等管理性文件。包括：

GB 190	危险货物包装标志
GB/T 601	化学试剂 标准滴定溶液的制备
GB/T 602	化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
GB/T 603	化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
GB/T 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 15258	化学品安全标签编写规定
GB/T 2449.1	工业硫磺 第1部分：固体产品
GB/T 15555.1	固体废物 总汞的测定 冷原子吸收分光光度法
GB/T 15555.2	固体废物 铜、锌、铅、镉的测定 原子吸收分光光度法
GB/T 15555.6	固体废物 总铬的测定 直接吸入火焰原子吸收分光光度法
GB/T 15555.9	固体废物 镍的测定 直接吸入火焰原子吸收分光光度法

4 术语和定义

本部分为执行本标准制定的专门术语，并本标准中出现的名词“粗硫磺”进行了定义。

5 指标的确定依据

为准确了解硫酸生产用粗硫磺的质量情况，标准编制工作组请第三方检测机构对粗硫磺样品进行了全项或分项检测。外观的检测方法为自然光下目视观察，总酸度（以 H₂SO₄ 计）的检测参照 GB/T 534—2014《工业硫酸》中的规定，水分的检测参照 GB/T《化工产品中水分测定的通用方法 干燥减量法》中的规定，硫（S）含量的检测参考 GB/T 2449.1-2021《工业硫磺 第 1 部分：固体产品》，铁（Fe）、镉（Cd）、铬（Cr）、铅（Pb）、锌（Zn）含量的检测参照 GB/T 30902-2014《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法（ICP-OES）》中的规定，砷（As）、汞（Hg）检测方法按照 GB/T 33086—2016《水处理剂 砷和汞含量的测定 原子荧光光谱法》中的规定。检测结果见表 1、表 2。

表 1 外观、硫含量、水分、灰分、酸度（以 H₂SO₄ 计）的检测结果

项目 编号	外观	$\omega(\text{S})/\%$	$\omega(\text{水分})/\%$	$\omega(\text{灰分})/\%$	酸度（以 H ₂ SO ₄ 计） （以干基计）/%
样品 1	淡黄色粉末固体	70.96	0.63	28.81	0.002
样品 2	淡黄色粉末固体	69.88	0.25	30.06	0.00
样品 3	淡黄色粉末固体	52.97	5.77	45.63	0.00
样品 4	淡黄色粉末固体	60.55	0.06	39.39	0.00
样品 5	灰黑色固体	43.00	15.2	36.45	3.77
样品 6	灰黑色固体	57.89	13.2	36.45	4.04
样品 7	灰黑色固体	61.19	0.232	34.32	0.1086

从表 1 可以看出，各样品粗硫磺外观有一定差异，但基本为淡黄色至灰黑色固体；硫含量在 40%以上；水分大部分在 1.0%以内；部分粗硫磺为熔硫过滤后的滤渣，其中含有一定量的硅藻土，所以灰分含量相对较高，一般在 30%以上；大部分样品中酸度（以 H₂SO₄ 计）（以干基计）较低。

结合粗硫磺产生的特点以及与硫铁矿掺烧制硫酸资源化利用的技术要求确定粗硫磺外观、硫含量、水分、灰分、酸度（以 H₂SO₄ 计）（以干基计）的要求。本标准规定的是液体硫磺过滤、液硫储罐清理、装置检修、硫磺生产过程产生的处理品等含有一定杂质的硫磺渣，一般硫含量在 40%以上，故要求粗硫磺中硫含量不低于 40%；HG/T 2786-1996《硫铁矿和硫精矿》中硫铁矿技术指标的要求（见表 3），水分技术指标由供需双方议定，而粗硫磺主要用于与硫铁矿掺烧制硫酸，故水分的要求参考 HG/T 2786，由供需双方议定；粗硫磺中灰分对硫铁矿掺烧粗硫磺制备硫酸几乎没有影响，故对于粗硫磺中灰分含量不进行限值；粗硫磺中酸度（以 H₂SO₄ 计）（以干基计）含量较高时，可能会对下游企业生产设备有一定影响，故要求酸度不高于 0.02%。

表 2 铁、镉、铬、铅、锌、砷、汞含量的检测结果

项目 编号	$\omega(\text{Fe})/\%$	$\omega(\text{Cd})/\%$	$\omega(\text{Cr})/\%$	$\omega(\text{Pb})/\%$	$\omega(\text{Zn})/\%$	$\omega(\text{As})/\%$	$\omega(\text{Hg})/\%$
样品 1	0.169	0.0000015	0.00351	0.000040	0.000741	0.000008	0.0000100

样品 2	2.410	0.0000655	0.00710	0.000437	0.031700	0.000028	0.0000089
样品 3	1.670	0.0000516	0.00781	0.004540	0.006620	0.000048	0.0000027
样品 4	1.740	0.0002040	0.00915	0.002130	0.009020	0.000475	0.0000293
样品 5	1.710	0.0001040	0.00700	0.013500	0.013900	0.000133	0.0000016
样品 6	1.180	0.0001530	0.00398	0.005400	0.356000	0.000713	0.0000037
样品 7	0.944	0.0000361	0.00064	0.001940	0.004210	0.000009	0.0000009
样品 8	5.250	0.0151000	0.01520	0.294000	2.190000	0.003126	0.0005832
样品 9	0.200	0.0000032	0.00500	0.000315	0.022100	<0.000003	<0.0000004
样品 10	0.064	0.0000149	0.00906	0.000086	0.003990	0.000064	0.0000117
样品 11	1.130	0.0000150	0.02020	0.000811	0.006150	<0.000003	<0.0000004
样品 12	1.560	0.0002070	0.01200	0.000490	0.015700	0.000307	0.0000206
样品 13	0.011	0.0000339	0.00480	0.002750	0.010500	0.000034	<0.0000004
样品 14	1.040	0.0000309	0.01030	0.002010	0.008920	0.000035	<0.0000004

表 3 HG/T 2786-1996 标准中硫铁矿技术指标

项目	指标				
	优等品		一等品	合格品	
	优— I	优— II		合— I	合— II
有效硫 (S) 含量, %	38	35	28	25	22
砷 (As) 含量, %	0.05		0.10	0.15	
氟 (F) 含量, %	0.05		0.10		
铅+锌 (Pb+Zn) 含量, %	1.0				
碳 (C) 含量, %	2.0		3.0	5.0	
注:					
1 各组分含量均以干基计。					
2 合格品- I 仅适用于煤系岩层硫铁矿					
3 多金属硫化矿砷的技术指标按合同执行。					
4 水分是计量依据, 技术指标由供需双方议定。					
5 粒度应小于或等于 250mm。					

表 2 为粗硫磺中铁和几种重金属含量的测定结果, 从表中可以看出, 粗硫磺中铁含量相对较高, 但铁含量对后续利用没有影响, 故不进行限值; 镉、铬、铅、锌、砷、汞含量相对较低, 在确定这六类重金属指标时, 砷、铅、锌指标的要求参考 HG/T 2786-1996《硫铁矿和硫精矿》中硫铁矿技术指标优等品的要求; 由于上述标准中没有对镉、铬、汞指标的要求, 故这三类重金属指标主要参考粗硫磺样品的检测结果确定的。表 3 中对氟含量有要求, 故增加粗硫磺中氟含量的指标要求, 参考 HG/T 2786-1996 中硫铁矿技术指标合格品的要求。

综上, 确定硫酸生产用粗硫磺的技术要求见表 4。

表 4 硫酸生产用粗硫磺的技术要求

项 目	要求
外观	淡黄色至灰黑色固体
硫 (S) 质量分数, $\omega/\%$	≥ 40

酸度 (以 H ₂ SO ₄ 计), ω/%	≤	0.02
砷 (As) 质量分数, ω/%	≤	0.05
铅 (Pb) 质量分数, ω/%	≤	0.05
锌 (Zn) 质量分数, ω/%	≤	0.05
汞 (Hg) 质量分数, ω/%	≤	0.01
铬 (Cr) 质量分数, ω/%	≤	0.02
镉 (Cd) 质量分数, ω/%	≤	0.02
氟 (F) 质量分数, ω/%	≤	0.1

6 检验规则

本部分对硫酸生产用粗硫磺的检验分类、判定规则和验收做了相关的规定。

7 标志、标签和随行文件

本部分根据相关规定以及硫酸生产用粗硫磺的特性对标志、标签和随行文件做了相关的规定。

8 包装、运输和贮存

本部分根据相关规定以及硫酸生产用粗硫磺的特性,对包装、运输和贮存做了相关的规定。

9 安全

本部分根据相关规定以及硫酸生产用粗硫磺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、经济效益

本标准规定了硫酸生产用粗硫磺的技术要求,对粗硫磺中的有害成分含量作出了限值要求,填补了现行标准在粗硫磺方面的空白,为硫酸生产用粗硫磺的资源化利用提供了依据。本标准的实施使硫酸生产用粗硫磺有了合理的去处,既避免了工业固废处理所造成的资源浪费,也减轻了生产企业的负担;同时促进了粗硫磺的资源化利用,防止和避免硫磺渣处置过程可能的二次污染,符合国家绿色环保、可持续发展的政策,实现了社会、经济和环境效益的统一。

(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

本标准未采用国际标准和国外先进标准;本标准制定过程中未查到同类国际/国外标准的对比数据;该标准水平为国内先进水平。

（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

本标准在制定过程中未出现重大分歧意见。

（八）贯彻标准的要求和措施建议

自公布实施之日起，建议硫酸生产用粗硫磺的生产和使用单位、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

该标准为首次制定，没有需要废止的标准。

（十）其他应予以说明的事项

无。