

中华人民共和国国家标准

木质活性炭试验方法 铁含量的测定

GB/T 12496.19—1999

代替 GB/T 12496.8—1990

Test methods of wooden activated carbon—
Determination of iron content

1 范围

本标准规定了活性炭中铁含量的试验方法。
本标准适用于木质类活性炭。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9721—1988 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)

3 第一法 1,10-菲啰啉(邻菲啰啉)分光光度法

3.1 方法原理

用盐酸羟胺作还原剂,用乙酸-乙酸钠缓冲液调节 pH4.5,亚铁(Fe^{2+})与 1,10-菲啰啉生成桔红色络合物,于分光光度计波长 510 nm 处测量吸光度。

3.2 仪器

分光光度计:符合 GB/T 9721 之规定。

3.3 试剂和溶液

本方法用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,所用试剂均指分析纯试剂。

3.3.1 盐酸(GB/T 622),“1+9”溶液。

3.3.2 乙酸(GB/T 676),乙酸钠(GB/T 694),乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH=4.5)

称取 16.4 g 无水乙酸钠,加 8.4 mL 冰乙酸,加水溶解后稀释至 100 mL。

3.3.3 盐酸羟胺(GB/T 6685),盐酸羟胺溶液

称取 1 g 盐酸羟胺溶于 100 mL 水中。

3.3.4 1,10-菲啰啉溶液(GB/T 1293)

称取 0.50 g 1,10-菲啰啉溶于 10 mL 乙醇,加 90 mL 水混匀,保存于暗处,如溶液着色,应重新配制。

3.3.5 硫酸亚铁铵 $[\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2 \cdot \text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$

0.01 mg/mL 铁标准溶液:称取 0.702 g 硫酸亚铁铵溶于含 0.5 mL 硫酸的少量水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至标线,从中取出 100 mL 稀释至 1 000 mL,此溶液含 Fe^{2+} 0.01 mg/mL。

3.4 操作方法

国家质量技术监督局 1999-11-10 批准

2000-04-01 实施

3.4.1 称取经粉碎至 71 μm 的干燥试样 1.0 g (称准至 10 mg), 置于 100 mL 锥形烧瓶中, 加“1+9”盐酸液 25 mL, 缓和煮沸 5 min, 稍冷过滤于 100 mL 容量瓶中, 并用热水分次洗涤滤渣, 滤液和洗液合并, 冷却到室温, 稀释至标线。取滤液 10 mL 于 50 mL 容量瓶中, 加入乙酸-乙酸钠缓冲溶液(3.3.2) 5 mL, 盐酸羟胺溶液(3.3.3) 2.5 mL, 1,10-菲罗啉溶液(3.3.4) 1 mL, 稀释至标线, 摇匀放置 10 min 呈颜色反应, 用分光光度计在波长 510 nm 下用 1 cm 比色皿测定吸光度。

3.4.2 标准曲线的绘制

分别吸取铁标准溶液 0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0 mL 于 8 只 50 mL 容量瓶中, 加入乙酸-乙酸钠缓冲溶液 5 mL, 盐酸羟胺溶液 2.5 mL, 1,10-菲罗啉溶液 1 mL, 用水稀释至标线, 摇匀放置 10 min, 用分光光度计在波长 510 nm, 光径 1 cm 的比色皿中测定吸光度。以铁标准溶液的使用量(mL) 为横坐标, 以吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

3.5 结果表述

从标准曲线上查出与测得的吸光度相对应的铁的标准溶液(mL) 的吸光度, 活性炭的铁含量按式(1)计算:

$$X = \frac{V}{100m} \dots\dots\dots(1)$$

式中: X ——试样中铁的百分含量, %;

V ——由试样吸光度查得铁标准溶液毫升数, mL;

m ——试样质量, g。

4 第二法 硫氰酸铵法

4.1 方法原理

用过硫酸铵作氧化剂, 硫氰酸铵作显色剂。铁(Fe^{3+}) 与硫氰酸铵生成红色络合物, 用目视比色法测定。

4.2 试剂和溶液

4.2.1 盐酸(GB/T 622), “1+9”溶液。

4.2.2 过硫酸铵(GB/T 655), 10 g/L 过硫酸铵溶液。

4.2.3 硫氰酸铵(GB/T 660), 10 g/L 硫氰酸铵溶液。

4.2.4 硫酸铁铵(GB/T 1279) [$\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$]

0.01 mg/mL 铁标准溶液: 称取 0.863 4 g 硫酸铁铵溶解于水, 加 2.5 mL 浓硫酸, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至标线, 摇匀, 此溶液含 Fe^{3+} 0.1 mg/mL。用时, 准确移取 100 mL, 摇匀, 此溶液含 Fe^{3+} 0.01 mg/mL。

4.3 操作方法

4.3.1 称取经粉碎至 71 μm 的干燥试样 1.00 g (称准至 10 mg), 置于 100 mL 锥形烧瓶中, 加入“1+9”盐酸溶液 25 mL, 缓和煮沸 5 min, 稍冷过滤于 100 mL 容量瓶中, 用热水数次洗涤滤渣, 滤液和洗液合并, 冷却到室温, 稀释至标线。取滤液 10 mL 于 50 mL 比色管中, 加过硫酸铵溶液 5 mL, 硫氰酸铵溶液 5 mL, 稀释至 50 mL, 摇匀, 放置 10 min, 所呈红色与铁标准溶液与试验液同时同样处理并相对照。取标准溶液 1 mL, 铁含量即为 0.01%, 2 mL 为 0.02%, ……依此类推。