

ICS 75.160.10
D 24



中华人民共和国国家标准

GB/T 7702.20—2008

代替 GB/T 7702.20—1997, GB/T 7702.21—1997

煤质颗粒活性炭试验方法 孔容积和比表面积的测定

Test method for granular activated carbon from coal—
Determination of pore volume and specific surface area

2008-11-20 发布

2009-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

数码防伪

前 言

GB/T 7702《煤质颗粒活性炭试验方法》分为：

- 第1部分：水分的测定；
- 第2部分：粒度的测定；
- 第3部分：强度的测定；
- 第4部分：装填密度的测定；
- 第5部分：水容量的测定；
- 第6部分：亚甲蓝吸附值的测定；
- 第7部分：碘吸附值的测定；
- 第8部分：苯酚吸附值的测定；
- 第9部分：着火点的测定；
- 第10部分：苯蒸气 氯乙烷蒸气防护时间的测定；
- 第13部分：四氯化碳吸附率的测定；
- 第14部分：硫容量的测定；
- 第15部分：灰分的测定；
- 第16部分：pH值的测定；
- 第17部分：漂浮率的测定；
- 第18部分：焦糖脱色率的测定；
- 第19部分：四氯化碳脱附率的测定；
- 第20部分：孔容积和比面积的测定。

本部分为 GB/T 7702 的第 20 部分。

本部分代替 GB/T 7702.20—1997《煤质颗粒活性炭试验方法 孔容积的测定》、GB/T 7702.21—1997《煤质颗粒活性炭试验方法 比面积的测定》。

本部分与 GB/T 7702.20~21—1997 相比，主要差异如下：

- a) 标准结构按 GB/T 1.1—2000《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则》及 GB/T 20001.4—2001《标准化工作导则 第4部分：化学分析方法》进行调整；
- b) 将 GB/T 7702.20—1997《煤质颗粒活性炭试验方法 孔容积的测定》、GB/T 7702.21—1997《煤质颗粒活性炭试验方法 比面积的测定》整合为 GB/T 7702.20—2008《煤质颗粒活性炭试验方法 孔容积和比面积的测定》；
- c) 增加第3章“术语和定义”；
- d) 增加总孔容积、吸附等温线、比表面积、微孔容积、中孔容积的测定原理；
- e) 增加吸附等温线、大孔容积、中孔容积、微孔容积的测定。

本部分由中国兵器工业集团公司提出并归口。

本部分起草单位：山西新华化工有限责任公司。

本部分主要起草人：韩冲云、李维冰、赵继军、赵洪海、元以栋、张旭、迟广秀。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 7702.20—1987, GB/T 7702.20—1997；
- GB/T 7702.21—1987, GB/T 7702.21—1997。

煤质颗粒活性炭试验方法

孔容积和比表面积测定

1 范围

本部分规定了煤质颗粒活性炭孔容积、比表面积的测定原理、测定步骤及结果计算等内容。

本部分适用于煤质颗粒活性炭孔容积、比表面积的测定,也适用于其他活性炭孔容积、比表面积的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 7702 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 678 化学试剂 乙醇(无水乙醇)(GB/T 678—2002,ISO 6353-2:1983,NEQ)

GB 1922 油漆及清洗用溶剂油

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

HG/T 3471 化学试剂 汞

3 术语和定义

下列术语和定义适用于 GB/T 7702 的本部分。

3.1

吸附 adsorption

吸附质分子在吸附剂表面的增稠或积聚过程。

3.2

平衡吸附 equilibrium adsorption

单位时间内离开吸附剂表面的分子数等于被吸附的分子数,而吸附态的分子总数始终保持不变。

3.3

吸附剂 adsorbent

对气体或液体具有吸附作用的物质。

3.4

吸附质 adsorbate

吸附系统中可被吸附剂吸附的物质。

3.5

平衡吸附压力 equilibrium adsorption pressure

达到平衡吸附时气体的压力。

3.6

饱和蒸气压力 saturation vapour pressure

在吸附温度下完全液化了吸附质的蒸气压力。

3.7

相对压力 relative pressure

在给定温度下某一物质蒸气的压力与其饱和蒸气压力的比值。

3.8

吸附量 adsorption value

单位体积或质量吸附剂吸附吸附质的量。

3.9

平衡吸附量 equilibrium adsorptive capacity

平衡吸附时一定平衡条件下的吸附容量。

3.10

单分子层吸附 mono layer adsorption

单分子层的吸附。

3.11

滞后圈 hysteresis loop

吸附等温线与解吸(脱附)等温线不重合而形成的回线。

3.12

解吸 desorption

又称脱附。物理吸附达到平衡后,平衡条件改变而使吸附质脱离吸附剂的现象。

3.13

吸附等温线 adsorption isotherm

在恒定温度下,达到平衡吸附时平衡压力或相对压力与对应的吸附量的关系曲线。

3.14

比表面积 specific surface area

单位质量吸附剂的总表面积。

3.15

总孔容积 total pore volume of pores

吸附剂中孔隙所占的体积。它是微型孔、中型孔和大型孔的容积之和。

3.16

大孔容积 pore volume of macropores

吸附剂中大孔孔隙所占的体积。

3.17

中孔容积 pore volume of mesopores

吸附剂中中孔孔隙所占的体积。

3.18

微孔容积 pore volume of micropores

吸附剂中微孔孔隙所占的体积。

3.19

真密度 real density

绝对密度 absolute density

不含孔隙容积和颗粒间空隙容积的吸附剂单位体积的质量。

3.20

颗粒密度 particle density

包含孔隙容积而不包含颗粒之间空隙容积的单位体积吸附剂颗粒的质量。

4 原理

4.1 总孔容积的测定原理

通过测定煤质颗粒活性炭的真密度、颗粒密度来计算其总孔容积。

4.1.1 真密度测量方法

本部分用 NY-120 溶剂油作为置换液,用比重瓶法测量煤质颗粒活性炭的真密度。

4.1.2 颗粒密度测量方法

一般用汞置换法测量颗粒密度。

4.2 吸附等温线的测定原理

对经预处理的活性炭试料,在液氮温度下吸附氮气,当吸附达到平衡时,测量平衡吸附压力和平衡吸附量,完成一个点测量后,重复上述过程,获得平衡压力由低到高直到饱和蒸气压的各点吸附量;以吸附量为纵坐标,相对压力为横坐标作图,即得到液氮温度下的吸附等温线。继续测定解吸等温线,在相同的平衡压力下吸附过程与解吸过程中的吸附量不同,反映在等温线上,吸附和解吸线在一定的区域内构成一个环状线,该环状线称为“滞后圈”,从低压开始出现的分离点成为滞后圈起点, p/p_0 接近 1.0 时吸附和解吸线闭合,该点称为滞后圈的终点。

4.3 比表面积的测定原理

把相对压力 0.05~0.35 范围内的吸附等温线数据,按 BET 方程式(二常数公式),求出试料单分子层吸附量,根据吸附质分子截面积,即可计算出活性炭试样的比表面积。

4.4 微孔容积的测定原理

根据吸附等温线滞后圈起点在纵坐标上对应的吸附量换算成液态体积,即为微孔容积。

4.5 中孔容积的测定原理

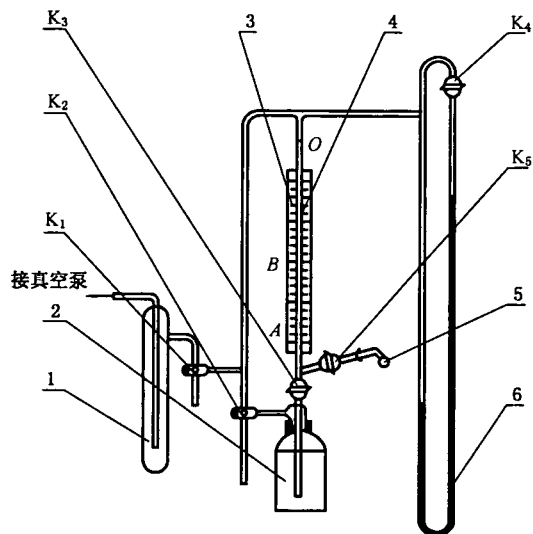
根据吸附等温线滞后圈终点的吸附量减去滞后圈起点的吸附量换算成液态体积,即为中孔容积。

5 试剂和材料

- 5.1 水,GB/T 6682,三级水。
- 5.2 溶剂油,NY-120,GB 1922。
- 5.3 汞,HG/T 3471,分析纯。
- 5.4 无水乙醇,GB/T 678,分析纯。
- 5.5 氮气,高纯氮气,纯度 99.99 %。
- 5.6 液氮。

6 仪器装置

- 6.1 带毛细管磨口塞的比重瓶(以下简称比重瓶),25 mL。
- 6.2 颗粒密度测定装置(见图 1),由以下部件组成:



- | | |
|---------|--|
| 1——缓冲瓶； | 5——试样管； |
| 2——贮汞瓶； | 6——U形压力计； |
| 3——标尺； | K ₁ 、K ₂ ——三通活塞； |
| 4——量管； | K ₃ 、K ₄ 、K ₅ ——两通活塞。 |

图 1 颗粒密度测定装置示意图

- 6.2.1 试样管,5 mL。
- 6.2.2 贮汞瓶,500 mL 广口瓶。
- 6.2.3 U型压力计。
- 6.2.4 量管,粗细均匀的玻璃管($L>900$ mm),用汞标定其横截面积,在其上端刻一标线 O。
- 6.2.5 标尺,可用坐标纸。
- 6.2.6 缓冲瓶。
- 6.2.7 玻璃三通活塞。
- 6.2.8 玻璃两通活塞。
- 6.3 电热恒温干燥箱,0 °C~300 °C。
- 6.4 分析天平,感量 0.000 1 g。
- 6.5 干燥器,内装变色硅胶或无水氯化钙。
- 6.6 温度计,0 °C~50 °C。
- 6.7 带盖称皿。
- 6.8 真空泵。
- 6.9 全自动静态吸附分析仪(采用低温氮容量法)。
- 6.10 脱气装置。
- 6.11 量杯,2 mL。
- 6.12 液氮贮罐。
- 6.13 液氮冷阱。

7 试样及其制备

对所送样品用四分法取出试样,将试样置于 150 °C±5 °C 的电热恒温干燥箱内干燥 2 h,取出放入干燥器中冷却备用(试样水分不大于 1 %不需干燥)。

8 测定步骤

8.1 真密度测定步骤

8.1.1 将比重瓶及毛细管磨口塞编号,用水标定比重瓶容积,记作 V (精确至 0.000 1 L),用分析天平称量比重瓶质量,记作 m_0 (精确至 0.000 1 g)。

8.1.2 将 NY-120 溶剂油注入比重瓶内,塞上毛细管磨口塞,用干净纱布拭干外表面,立即在分析天平上称量(精确至 0.000 1 g),此比重瓶加 NY-120 溶剂油质量,记作 m_1 。按此法测量不同温度下的 m_1 ,计算 NY-120 溶剂油的密度 ρ ,绘制 NY-120 溶剂油的密度 ρ 随温度变化的关系曲线。

8.1.3 称取 $2\text{ g} \pm 0.2\text{ g}$ (精确至 0.000 1 g)已烘干的试料,小心地加入到上述比重瓶内,加入 15 mL~20 mL NY-120 溶剂油,盖上毛细管磨口塞,静置 17 h~20 h,摇动比重瓶,无气泡溢出后,加满 NY-120 溶剂油,塞上毛细管磨口塞,用干净纱布拭干表面后,立即在分析天平上称量(精确至 0.000 1 g),此比重瓶加 NY-120 溶剂油加试料的质量,记作 m_2 ,同时测量此时的溶剂油温度。

8.2 颗粒密度测定步骤

8.2.1 试样管容积的标定

8.2.1.1 接通 K_1 、 K_5 ,启动真空泵,对系统抽真空 5 min。

8.2.1.2 关闭 K_5 ,打开 K_3 ,通过 K_2 放入空气,使汞面上升到量管 H 上的标线 O 处。

8.2.1.3 关闭 K_3 ,接通 K_5 ,使汞充满试样管。

8.2.1.4 停泵,将 K_1 与大气连通,使系统内保持 101.325 kPa,这时,记录量管内汞面高度 A(OA 段量管内汞的体积即为试样管的容积)。

8.2.2 将 K_1 与真空泵连通,开动真空泵,接通 K_2 ,对贮汞瓶抽空,关闭 K_2 。打开 K_3 、 K_5 ,使量管及试样管内的汞流回贮汞瓶,当汞下降到接近 K_3 时停泵,使 K_1 与大气连通。

8.2.3 取干燥冷却后的试样 5 mL 左右,在分析天平上称量(精确至 0.000 1 g),小心放入试样管中,然后按 8.2.1.1 和 8.2.1.2 的操作步骤使汞升至量管 O 点。关闭 K_3 ,打开 K_5 ,使汞充满试样管中的剩余空间。停泵,将 K_1 连通大气,这时记录量管内汞面高度 B(OB 段量管体积即为试样管内剩余空间的体积)。

8.2.4 按 8.2.2 操作步骤使汞流回贮汞瓶内。

8.2.5 取下试样管,清理干净备用。

8.3 吸附等温线的测定步骤

8.3.1 开启全自动静态吸附分析仪系统。

8.3.2 打开操作程序,建立样品信息文件。

8.3.3 称量试样管组件的质量,精确至 0.000 1 g。

8.3.4 将 0.1 g~0.3 g(约 2 mL)试料装入试样管中。

8.3.5 将试样管组件安装在脱气口上开始脱气。

8.3.6 脱气完成后,称量试样管组件及试料的质量,精确至 0.000 1 g。

8.3.7 将液氮装入液氮冷阱中(注意防止液氮溅出伤人),并安装在全自动静态吸附分析仪上。

8.3.8 将脱气后的试样管安装到分析口,在液氮温度下进行对氮吸附等温线的测试。

8.3.9 测量每点平衡压力和平衡吸附量。

8.3.10 测量试样管中吸附质的饱和蒸气压。

8.3.11 试验完毕,关闭全自动静态吸附分析仪系统,卸下试样管组件。

9 结果计算

9.1 计算真密度

9.1.1 计算 NY-120 溶剂油的密度

NY-120 溶剂油密度以 ρ 计,数值以克每立方厘米(g/cm^3)表示,按式(1)计算:

$$\rho = \frac{m_1 - m_0}{V} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- m_1 ——比重瓶与 NY-120 溶剂油质量和的数值,单位为克(g);
- m_0 ——比重瓶质量的数值,单位为克(g);
- V ——比重瓶容积的数值,单位为立方厘米(cm^3)。

采用式(1),计算不同温度下的 ρ 值,以 ρ 为纵坐标,温度为横坐标,可得出 NY-120 溶剂油的密度随温度变化的关系曲线。

9.1.2 真密度的计算

真密度以 d_1 计,数值以克每立方厘米(g/cm^3)表示,按式(2)计算:

$$d_1 = \frac{m \times \rho}{(m_1 + m) - m_2} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- m ——试料质量的数值,单位为克(g);
- ρ ——NY-120 溶剂油密度的数值,单位为克每立方厘米(g/cm^3);
- m_1 ——比重瓶与 NY-120 溶剂油质量和的数值,单位为克(g);
- m_2 ——比重瓶与 NY-120 溶剂油加试料质量和的数值,单位为克(g)。

9.2 计算颗粒密度

颗粒密度以 d_2 计,数值以克每立方厘米(g/cm^3)表示,按式(3)计算:

$$d_2 = \frac{m}{s(B-A)} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- m ——试料质量的数值,单位为克(g);
- s ——量管 H 截面积的数值,单位为平方厘米(cm^2);
- B, A ——量管 H 内汞面高度的数值,单位为厘米(cm)。

9.3 计算总孔容积

总孔容积以 V_Σ 计,数值以立方厘米每克(cm^3/g)表示,按式(4)计算:

$$V_\Sigma = \frac{1}{d_2} - \frac{1}{d_1} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- d_1 ——真密度的数值,单位为克每立方厘米(g/cm^3);
- d_2 ——颗粒密度的数值,单位为克每立方厘米(g/cm^3)。

9.4 绘制吸附等温线

以平衡压力时 1 g 活性炭所吸附的氮气体积值为纵坐标,相对压力为横坐标作图,即得该活性炭试料的吸附等温线。

9.5 计算单分子层吸附量

9.5.1 根据 BET 方程二常数公式,计算单分子层吸附量 V_m ,数值以立方厘米每克(cm^3/g)表示,按式(5)计算:

$$\frac{p}{V_a(p_0 - p)} = \frac{1}{V_m \times C} + \frac{C-1}{V_m \times C} \times \frac{p}{p_0} \dots\dots\dots(5)$$

式中:

- p ——吸附平衡压力的数值,单位为帕(Pa);
- p_0 ——液氮温度下,被吸附气体饱和压力的数值,单位为帕(Pa);
- V_a ——平衡压力下,试料所吸附氮气体积的数值,单位为立方厘米(cm^3);

C ——与吸附热有关的常数；

p/p_0 ——吸附质相对压力的数值。

9.5.2 在 0.05~0.35 的相对压力范围内,对式(5)进行线性回归,可得到斜率 a 和截距 b ,单分子层吸附量 V_m ,按式(6)计算:

$$V_m = \frac{1}{a+b} \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

a ——式(5)线性回归斜率的数值,单位为克每立方厘米(g/cm^3);

b ——式(5)线性回归截距的数值,单位为克每立方厘米(g/cm^3)。

9.6 计算比表面积

比表面积以 S 计,数值以平方米每克(m^2/g)表示,按式(7)计算:

$$S = 4.353 \times V_m \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

V_m ——单分子层吸附量的数值,单位为立方厘米每克(cm^3/g);

4.353——换算系数,单位为平方米每立方厘米(m^2/cm^3)。

9.7 计算微孔容积

微孔容积以 V_{mi} 计,数值以立方厘米每克(cm^3/g)表示,按式(8)计算:

$$V_{mi} = a_{mi} \times 0.00155 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

a_{mi} ——滞后环起点对应吸附量的数值,单位为立方厘米每克(cm^3/g);

0.00155——换算系数。

9.8 计算中孔容积

中孔容积以 V_t 计,数值以立方厘米每克(cm^3/g)表示,按式(9)计算:

$$V_t = (a_t - a_{mi}) \times 0.00155 \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中:

a_t ——滞后环终点对应吸附量的数值,单位为立方厘米每克(cm^3/g);

a_{mi} ——滞后环起点对应吸附量的数值,单位为立方厘米每克(cm^3/g);

0.00155——换算系数。

9.9 计算大孔容积

大孔容积以 V_{ma} 计,数值以立方厘米每克(cm^3/g)表示,按式(10)计算:

$$V_{ma} = V_{\Sigma} - a_t \times 0.00155 \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中:

V_{Σ} ——总孔容积的数值,单位为立方厘米每克(cm^3/g);

a_t ——滞后环终点对应吸附量的数值,单位为立方厘米每克(cm^3/g);

0.00155——换算系数。

10 精密度

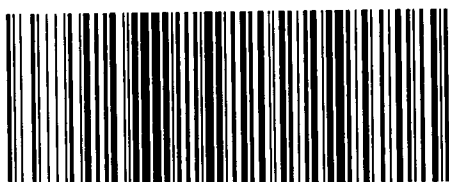
10.1 每个样品做两份试料的平行测定,真密度测定结果的允许差值不大于 $0.03 \text{ g}/\text{cm}^3$,颗粒密度测定结果的允许差值不大于 $0.01 \text{ g}/\text{cm}^3$,孔容积以算术平均值表示,精确至百分位。

10.2 比表面积允许误差值不大于 10%,结果以算术平均值表示,精确至整数位。

11 试验报告

试验报告应包括以下几个方面的内容：

- a) 试样编号；
 - b) 使用的标准；
 - c) 使用的方法；
 - d) 试验项目；
 - e) 试验结果；
 - f) 试验人员；
 - g) 试验日期。
-



GB/T 7702.20-2008

版权专有 侵权必究

*

书号：155066·1-35869

定价： 14.00 元

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
煤质颗粒活性炭试验方法
孔容积和比表面积测定
GB/T 7702.20—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 17 千字
2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

*

书号:155066·1-35869 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533