

中华人民共和国国家标准

GB/T 7702.6—2008
代替 GB/T 7702.6—1997

煤质颗粒活性炭试验方法 亚甲蓝吸附值的测定

Test method for granular activated carbon from coal
—Determination of methylene blue adsorption

2008-02-01 发布

2008-07-01 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

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 比表面积的测定。

本部分为 GB/T 7702 的第 6 部分。

本部分代替 GB/T 7702.6—1997《煤质颗粒活性炭试验方法 亚甲蓝吸附值的测定》。

本部分与 GB/T 7702.6—1997 相比，主要变化如下：

- a) 规定了对实验室用水的要求；
- b) 规定了分析过程中滤纸的等级、规格；
- c) 增加了亚甲蓝试剂中水分的剔除方法；
- d) 将试料对亚甲蓝溶液振荡吸附时间由 20 min 修订为 30 min；
- e) 规定了亚甲蓝溶液标定精密度；
- f) 规定了试料称量范围，提高了称量准确度；
- g) 增加第 3 章“术语和定义”。

本标准由中国兵器工业集团公司提出并归口。

本标准起草单位：山西新华化工有限责任公司。

本标准主要起草人：程清俊、迟广秀、元以栋、张旭、李维冰、赵继军、李若梅。

本标准于 1987 年首次发布，1997 年第一次修订。

煤质颗粒活性炭试验方法

亚甲蓝吸附值的测定

1 范围

本部分规定了煤质颗粒活性炭亚甲蓝吸附值的测定原理、测定步骤和结果计算等内容。
本部分适用于煤质颗粒活性炭亚甲蓝吸附值的测定,也适用于粉状煤质活性炭。

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 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 625 化学试剂 硫酸(GB/T 625—2007,ISO 6353-2:1983,NEQ)

GB/T 665 化学试剂 五水合硫酸铜(Ⅱ)(硫酸铜)(GB/T 665—2007,ISO 6353-2:1983,NEQ)

GB/T 1263 化学试剂 十二水合磷酸氢二钠(磷酸氢二钠)(GB/T 1263—2006,ISO 6353-2:1983,NEQ)

GB/T 1272 化学试剂 碘化钾(GB/T 1272—2007,ISO 6353-2:1983,NEQ)

GB/T 1274 化学试剂 磷酸二氢钾(GB/T 1274—1993,neq ISO 6353-3:1987 R79)

GB/T 1914 化学分析滤纸

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992,neq ISO 3696:1987)

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

实验室样品 laboratory sample

为送往实验室供检验或测试而制备的样品。

3.2

试样 test sample

由实验室样品制备的从中抽取试料的样品。

3.3

试料 test portion

从试样中取得的(如试样与实验室样品两者相同,则从实验室样品中取得),并用以进行检验或观测的一定量的物料。

3.4

亚甲蓝吸附值 methylene blue adsorption

在规定的试验条件下,活性炭与亚甲蓝溶液充分吸附后,亚甲蓝溶液剩余浓度达到规定范围时,每克活性炭吸附亚甲蓝的毫克数。

4 原理

试样与亚甲蓝溶液混合,充分吸附后,测定亚甲蓝溶液的剩余浓度,计算亚甲蓝吸附值。

5 试剂和材料

5.1 水,GB/T 6682,三级水。

5.2 定性滤纸,GB/T 1914,B等,中速(102)。

5.3 硫酸溶液,用硫酸(GB/T 625,分析纯)配制 1+5 的硫酸溶液。

5.4 碘化钾溶液,用碘化钾(GB/T 1272,分析纯)配制质量分数为 10% 的碘化钾溶液。

5.5 硫酸铜标准色溶液,用五水合硫酸铜(Ⅱ)(GB/T 665)分析纯,配制质量分数为 0.4% 的硫酸铜标准色溶液。

5.6 缓冲溶液,将以下 a 液与 b 液以 1+1 的体积比均匀混合,得到 pH 值约为 7 的缓冲溶液。

5.6.1 a 液,称取 9.08 g 磷酸二氢钾(GB/T 1274,分析纯),溶于 1 L 水中,混匀。

5.6.2 b 液,称取 23.9 g 十二水合磷酸氢二钠(GB/T 1263,分析纯),溶于 1 L 水中,混匀。

5.7 重铬酸钾标准滴定溶液,浓度 $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.1\text{ mol/L}$,按 GB/T 601—2002 中 4.5 的规定配制和标定。

5.8 硫代硫酸钠标准滴定溶液,浓度 $c(Na_2S_2O_3)=0.1\text{ mol/L}$,按 GB/T 601—2002 中 4.6 的规定配制和标定。

5.9 亚甲蓝溶液,浓度 $\rho(C_{15}H_{18}ClN_3S)=1.5\text{ g/L}$,按下述方法配制:

5.9.1 配制

由于亚甲蓝在干燥过程中性质会发生变化,应在未干燥情况下使用。因此先测定其水分(称取约 1 g 的亚甲蓝,精确至 0.000 1 g,置于 $105\text{ C}\pm 5\text{ C}$ 的电热恒温干燥箱中干燥 4 h)。

称取与 1.5 g 干燥的亚甲蓝相当的未干燥的亚甲蓝,精确至 0.000 1 g[亚甲蓝未干燥品的取用量按式(1)计算],将亚甲蓝溶于温度为 $60\text{ C}\pm 10\text{ C}$ 的缓冲溶液,待全部溶解后,冷却至室温,过滤至 1 000 mL 容量瓶中,用缓冲溶液洗涤滤渣,再用缓冲溶液稀释至刻度,混匀,静置 1 d 后标定。标定结果应在 $1.500\ 0\text{ g/L}\pm 0.015\ 0\text{ g/L}$ 范围内,否则,应调至规定范围。

亚甲蓝未干燥品的取用量以 m_1 计,数值以克(g)表示,按式(1)计算:

$$m_1 = \frac{m}{A(100 - w)} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m ——干燥的亚甲蓝需要量的数值,单位为克(g);

A ——亚甲蓝纯度的数值,%;

w ——亚甲蓝水分的质量分数,%。

5.9.2 标定

用移液管吸取亚甲蓝溶液 50 mL 置于 200 mL 烧杯中,加入重铬酸钾标准滴定溶液 25.00 mL,放入水浴中加热至 $75\text{ C}\pm 2\text{ C}$,搅拌均匀并在 $75\text{ C}\pm 2\text{ C}$ 下保持 20 min 后冷却,过滤至 300 mL 具塞磨口锥形瓶中,加硫酸溶液 25 mL 和碘化钾溶液 10 mL,盖紧瓶塞,摇匀,在暗处放置 5 min 后用硫代硫酸钠标准滴定溶液进行滴定,至溶液呈淡黄色时,加入淀粉指示液 2 mL,滴定至蓝色消失。同时做空白试验。

5.9.3 亚甲蓝溶液的浓度计算

亚甲蓝溶液的浓度以 ρ 计,数值以毫克每毫升(mg/mL)表示,按式(2)计算:

$$\rho = \frac{c_0(V_2 - V_1)M}{50} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c_0 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——空白试验所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

M ——亚甲蓝摩尔质量的数值[$M(1/3C_{16}H_{18}ClN_3S)=106.6$ g/mol],单位为克每摩尔(g/mol)。

5.9.4 标定精密度

亚甲蓝标准溶液平行测定结果的相对偏差不大于1%。

5.10 淀粉指示液,配制质量分数为0.5%的淀粉指示液。

6 仪器和设备

6.1 电热恒温干燥箱,0℃~300℃。

6.2 干燥器,内装无水氯化钙或变色硅胶。

6.3 分析天平,感量0.000 1 g。

6.4 恒温水浴,75℃±2℃。

6.5 振荡器,频率(240±20)次/min,振幅36 mm±6 mm。

6.6 分光光度计。

6.7 具塞磨口锥形瓶,100 mL、300 mL。

6.8 移液管,50 mL。

6.9 烧杯,200 mL。

6.10 比色管,25 mL。

6.11 试验筛,φ200×50—0.045/0.032方孔。

6.12 玻璃漏斗,φ70 mm~φ90 mm。

7 试样的制备

对所送样品用四分法取出约10 g试样,磨细到90%以上能通过0.045 mm试验筛的程度,筛余试样与其混匀,在150℃±5℃电热恒温干燥箱内干燥2 h,置于干燥器中冷却,备用。

8 测定步骤

8.1 称取0.1 g±0.000 4 g试料,精确至0.000 1 g,置于100 mL具塞磨口锥形瓶中,用滴定管加入亚甲蓝溶液5 mL~15 mL(依被测产品而定),盖紧瓶塞,放在振荡器上振荡30 min。

8.2 将上述试样吸附过的亚甲蓝溶液过滤至比色管中,混匀。

8.3 用10 mm比色皿在665 nm波长处,以水为参比液,测定滤液的吸光度值,该滤液的吸光度值应与硫酸铜标准溶液的吸光度读数差值在±0.020范围。

8.4 如超出上述范围应调整加入亚甲蓝溶液的毫升数,重复8.1~8.3操作直至符合要求。

9 结果计算

亚甲蓝吸附值以 E 计,数值以毫克每克(mg/g)表示,按式(3)计算:

$$E = \frac{\rho V}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

ρ ——亚甲蓝溶液浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V ——测定试样所消耗亚甲蓝溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

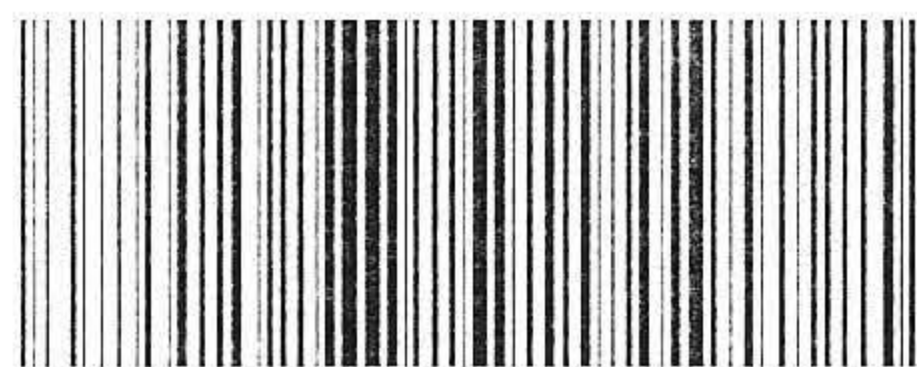
10 精密度

每个样品做两份试料的平行测定,其差值应不大于8 mg/g,结果以算术平均值表示,计算结果精确至整数位。

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 7702.6-2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-31171