



中华人民共和国国家军用标准

FL 2110

GJB 1468A-2007

代替 GJB 1468-1992

军用活性炭和浸渍活性炭通用规范

**General specification for activated carbon
and impregnated activated carbon in military use**

2007-08-06 发布

2007-11-01 实施

中国人民解放军总装备部 批准

目 次

前言	II
1 范围	1
2 引用文件	1
3 要求	1
3.1 总则	1
3.2 性能	1
4 质量保证规定	2
4.1 检验分类	2
4.2 检验条件	2
4.3 鉴定检验	3
4.4 质量一致性检验	4
4.5 包装检验	5
4.6 缺陷分类	5
4.7 检验方法	5
5 交货准备	7
5.1 包装	7
5.2 标志	7
5.3 贮存	7
5.4 运输	7
6 说明事项	7
6.1 预定用途	7
6.2 分类	7
6.3 订购文件中应明确的内容	7
6.4 术语和定义	7
附录 A (资料性附录) 浸渍活性炭中铜含量测定方法	9
附录 B (资料性附录) 浸渍活性炭中铬含量测定方法	11
附录 C (资料性附录) 浸渍活性炭中银含量测定方法	14
附录 D (资料性附录) 浸渍活性炭中钼含量测定方法	16
附录 E (资料性附录) 浸渍活性炭中锌含量测定方法	19
附录 F (资料性附录) 浸渍活性炭中氨含量测定方法	21
附录 G (资料性附录) 浸渍活性炭中三乙烯二胺含量测定方法	24
附录 H (资料性附录) 浸渍活性炭防护时间测定 动力管试验方法	26
参考文献	28

前 言

本规范代替 GJB 1468-1992《军用活性炭和浸渍活性炭通用规范》。

本规范与 GJB 1468-1992《军用活性炭和浸渍活性炭通用规范》相比，主要有以下变化：

- a) 在编写格式和表述规则上均按 GJB 0-2001《军用标准文件编制工作导则》的要求对原规范进行了较大的修改；
- b) 根据军用浸渍炭的发展，新增了 ASZM-T 浸渍炭的指标要求；
- c) 增加了浸渍活性炭防护时间测定动力管试验方法；
- d) 增加了浸渍活性炭中铜含量测定方法；
- e) 增加了浸渍活性炭中铬含量测定方法；
- f) 增加了浸渍活性炭中银含量测定方法；
- g) 增加了浸渍活性炭中氨含量测定方法；
- h) 增加了浸渍活性炭中钼含量测定方法；
- i) 增加了浸渍活性炭中锌含量测定方法；
- j) 增加了浸渍活性炭中三乙烯二胺含量测定方法。

本规范附录 A、附录 B、附录 C、附录 D、附录 E、附录 F、附录 G、附录 H 是资料性附录。

本规范由中国人民解放军总装备部陆军装备科研订购部提出。

本规范起草单位：中国人民解放军防化研究院第一研究所。

本规范主要起草人：马 兰、尹维东、刘 进、赵洪海、赵红阳、袁义胜、迟广秀、乔惠贤、栾志强、郭坤敏。

GJB 1468-1992 于 1992 年首次发布。

军用活性炭和浸渍活性炭通用规范

1 范围

本规范规定了军用活性炭(以下简称活性炭)和军用浸渍活性炭(以下简称浸渍炭)的通用要求。本规范适用于防毒面具滤毒罐和过滤吸收器等装备中使用的活性炭及浸渍炭。

2 引用文件

下列文件中的有关条款通过引用而成为本规范的条款。凡注日期或版次的引用文件,其后的任何修改单(不包括勘误的内容)或修订版本都不适用于本规范,但提倡使用本规范的各方探讨使用其最新版本的可能性。凡未注日期或版次的引用文件,其最新版本适用于本规范。

- GB/T 7702.1-1997 煤质颗粒活性炭试验方法 水分的测定
- GB/T 7702.2-1997 煤质颗粒活性炭试验方法 粒度的测定
- GB/T 7702.3-1987 煤质颗粒活性炭试验方法 强度的测定
- GB/T 7702.4-1997 煤质颗粒活性炭试验方法 装填密度的测定
- GB/T 7702.5-1997 煤质颗粒活性炭试验方法 水容量的测定
- GB/T 7702.9-1997 煤质颗粒活性炭试验方法 着火点的测定
- GB/T 7702.11-1997 煤质颗粒活性炭试验方法 苯蒸气防护时间的测定
- GB/T 7702.12-1997 煤质颗粒活性炭试验方法 氯乙烷蒸气防护时间的测定
- GB/T 7702.13-1997 煤质颗粒活性炭试验方法 四氯化碳吸附率的测定
- GB/T 13264-1991 不合格品率的小批计数抽样检查程序及抽样表
- GJB 188.1A 防化术语 化学防护
- GJB 1155A-2004 过滤式防毒面具通用规范
- GJB 1181 军用装备包装、装卸、贮存和运输通用大纲
- GJB 1765 军用物资包装标志
- GJB 2770 军用物资贮存环境条件
- GJB 4723-1996 浸渍活性炭陈化试验方法

3 要求

3.1 总则

活性炭和浸渍炭应符合本规范和相关详细规范规定的所有要求,本规范的要求与相关详细规范不一致时,应以相关详细规范为准。

3.2 性能

3.2.1 活性炭和浸渍炭

3.2.1.1 活性炭和浸渍炭的理化性能应符合表1的要求。

3.2.1.2 防毒性能

在活性炭和浸渍炭的科研和试制生产的过程中,可进行装填动力管的防护时间检测,防护时间应符合表1要求。在定型和使用过程中,应进行装填滤毒罐或过滤吸收器的防护时间检测,防护时间应符合GJB 1155A-2004中3.2.3.1要求。

3.2.2 特殊用途的活性炭和浸渍炭

应符合相关详细规范的规定。

表1 活性炭和浸渍炭的理化性能、浸渍剂含量和防毒性能指标

项目	活性炭	浸渍炭			
		ASC 浸渍炭	ASC-T 浸渍炭	ASZM-T 浸渍炭	
强度 %	≥73	≥76	≥76	≥76	
水分 %	≤3	≤3	≤3	≤3	
粒度 mm (粒度分布)		1.6~1.25 1.25~1.0 1.0~0.7 <0.7	≤2% ≤10% 不规定, 但要测定 ≤5%		
装填密度 g/cm ³		不规定, 但要测定			
着火点 °C	-	>300	>200	>200	
水容量 %	≥80	-	-	-	
理化性能 浸渍剂含量	铜 %	-	9.0~13.0	9.0~13.0	5.0~13.0
	铬 %	-	2.5~4.0	2.5~4.0	-
	银 %	-	≥0.065	≥0.065	≥0.065
	氨 %	-	<0.6	<0.6	<0.6
	钼 %	-	-	-	1.0~5.0
	锌 %	-	-	-	1.5~6.0
	TEDA %	-	-	<3	<3
	防毒性能				
苯蒸气防护时间 min	≥45	-	≥35	≥35	
四氯化碳吸附量 %	≥60	-	-	-	
氯乙烷蒸气防护时间 min	≥27	≥27	≥27	≥27	
沙林防护时间 min	-	≥70	≥70	≥70	
DMMP 防护时间 min	-	≥87	≥87	≥87	
氯化氰防护时间 min	0-50%相对湿度	-	≥40	≥25	≥25
	80-80%相对湿度	-	≥25	≥28	≥28
氰化氢防护时间 min	-	≥45	≥45	≥30	
光气防护时间 min	-	≥15	≥12	≥12	
陈化性能 min (氯化氰防护时间)	-	-	≥23	≥23	
注1: 根据需要, 允许含有其它浸渍剂, 但对其含量应有明确要求。 注2: TEDA 为三乙烯二胺。 注3: DMMP 为吗啉代磷酸二甲酯。					

4 质量保证规定

4.1 检验分类

本规范所规定的检验分类如下:

- a) 鉴定检验(见 4.3);
- b) 质量一致性检验(见 4.4)。

4.2 检验条件

除另有规定外，应按 4.7 规定的条件进行检验。

4.3 鉴定检验

4.3.1 检验时机

有下列情况之一时，应进行鉴定检验：

- a) 新研制的产品；
- b) 产品转厂生产；
- c) 停产 2 年(含 2 年)以上，恢复生产；
- d) 正式生产后，若原材料、设备、生产工艺有较大改变，可能影响产品性能时。

4.3.1 检验项目

检验项目见表 2。

表 2 检验项目表

检验项目	活性炭		浸渍炭		要求的章条号	检验方法章条号		
	鉴定检验	质量一致性检验	鉴定检验	质量一致性检验				
理化性能	强度	●	●	●	●	3.2	4.7.1.4	
	水分	●	●	●	●	3.2	4.7.1.1	
	粒度	●	●	●	●	3.2	4.7.1.2	
	装填密度	●	●	●	●	3.2	4.7.1.3	
	着火点	—	—	●	○	3.2	4.7.1.6	
	水容量	●	●	—	—	3.2	4.7.1.5	
	浸渍剂含量	铜	—	—	●	●	3.2	4.7.2.1
		铬	—	—	●	●	3.2	4.7.2.2
		银	—	—	●	●	3.2	4.7.2.3
		氨	—	—	●	●	3.2	4.7.2.6
		钼	—	—	●	●	3.2	4.7.2.4
		锌	—	—	●	●	3.2	4.7.2.5
		TEDA	—	—	●	●	3.2	4.7.2.7
防毒性能	苯蒸气防护时间	●	●	—	—	3.2	4.7.1.7	
	四氯化碳吸附量	●	●	—	—	3.2	4.7.1.9	
	氯乙烷蒸气防护时间	●	●	●	●	3.2	4.7.1.8	
	沙林防护时间	—	—	●	○	3.2	4.7.3.1	
	DMMP 防护时间	—	—	●	○	3.2	4.7.3.1	
	氯化氰防护时间	—	—	●	●	3.2	4.7.3.1	
	氰化氢防护时间	—	—	●	●	3.2	4.7.3.1	
	光气防护时间	—	—	●	○	3.2	4.7.3.1	
	陈化性能	—	—	●	●	3.2	4.7.1.10	

注 1: ●必检项目; ○承制方和订购方协商检验项目; — 不检项目。
注 2: 浸渍炭中陈化性能无指标要求的不检验。

4.3.2 组批规则

在相同环境条件下,同一生产厂,使用同一批原材料,在相同的工艺条件下,连续生产或按相同间歇过程累积生产的均匀产品可组批检验,也可由承制方和订购方协商组批。

4.3.3 组批

批量为连续生产的 500kg 产品(25kg/桶),经生产方、使用方双方商定,批量也可大于或小于 500kg。

4.3.4 抽样方案

4.3.4.1 除有关规定外,一般根据批量、生产方和使用方规定的检验水平,按 GB/T 13264-1991 中一次抽样的检验程序执行。 $N=20$; $P_0=0.92\%$; $P_1=33\%$; $n_0=5$; $Ac=0$ 。

4.3.5 取样方法

4.3.5.1 从待检的产品批中随机抽取规定数量的产品批,从中随机抽取规定数量的产品(按包装件,每包 25kg)。抽取样品前应事先随机规定用于性能试验和包装检验的样品序号。

4.3.5.2 抽取样品后,首先对预定作包装检验的样品包装件进行包装检查,然后打开包装桶盖沿桶的对角线方向斜插桶内取样,每桶抽取活性炭或浸渍炭的数量应根据检验需要的总数量平均确定。

4.3.5.3 取出的样品应立即放在清洁、干燥的容器内用气密套密封,并用标签标明所代表的桶号(件号)。

4.3.6 判定规则

鉴定检验判定规则及顺序如下:

- a) 合同规定;
- b) 相关详细规范;
- c) 本规范规定。

4.3.7 合格判定

若鉴定检验的样品,全部符合指标要求则鉴定合格;非致命性缺陷检验项目不合格的,应找出原因,采取措施后复检,直到全部符合要求。

4.4 质量一致性检验

4.4.1 检验项目

检验项目见表 2。

4.4.2 组批

批量为连续生产的 2000kg 产品(25kg/桶),经订购、承制双方商定,批量也可大于或小于 2000kg。

4.4.3 抽样方案

4.3.3.1 根据批量、生产方和使用方规定的检验水平,按 GB/T 13264-1991 中二次抽样的检验程序执行。

$N=80$; $P_0=5.7\%$; $P_1=46\%$ 。

a) 样本量: $n=n_1=n_2=4$;

b) 判定组数: $\begin{bmatrix} Ac_1 & Re_1 \\ Ac_2 & Re_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 & 2 \\ 1 & 2 \end{bmatrix}$

4.3.3.2 加严的二次抽样方案为: $N=80$; $P_0=4.6\%$; $P_1=39\%$ 。

a) 样本量: $n=n_1=n_2=5$;

b) 判定组数: $\begin{bmatrix} Ac_1 & Re_1 \\ Ac_2 & Re_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 & 2 \\ 1 & 2 \end{bmatrix}$

4.4.4 取样方法

同 4.3.5。

4.4.5 判定规则

同 4.3.6。

4.4.6 接收与拒收

接收与拒收按照如下规定执行：

- a) 检验合格的批，订购方应整批接收；
- b) 若因质量问题而整批拒收时，承制方应对不合格产品进行分析、试验和验证，经订购方同意可返工，并重新组批后交验；
- c) 对拒收的批，只有在所有产品经过再次检验或试验，剔除了所有不合格品，或经返工成合格品后，才能再次提交验收，若再次提交验收的样品仍不合格，则拒收。

4.5 包装检验

对活性炭或浸渍炭的包装、标志及数量按第五章有关规定进行检验，凡不符合 5.1 和 5.2 规定的，均构成缺陷，包装有缺陷的均认为不合格。承制方修正了缺陷或剔除了不合格品后，可再次提交检验，检验合格即认为该批产品包装合格，若检验仍不合格，则拒收该批产品。包装检验缺陷分类及抽样方案见表 3。

表 3 包装缺陷分类及抽样方案

缺陷分类	缺陷	AQL	抽样方案
致命缺陷	容器破损或容器盖子不严	0	全检
严重缺陷	标志遗漏或字迹不清	7.5	二次抽样，样本量：3
轻缺陷	其它表面疵病	16	二次抽样，样本量：3

4.6 缺陷分类

缺陷分类见表 4。

4.7 检验方法

4.7.1 理化性能

4.7.1.1 水分测定

按 GB/T 7702.1-1997 规定的方法执行，浸渍炭的烘干温度改为 105℃~110℃。

4.7.1.2 粒度测定

按 GB/T 7702.2-1997 的规定执行。

4.7.1.3 装填密度测定

按 GB/T 7702.4-1997 的规定执行。

4.7.1.4 强度测定

按 GB/T 7702.3-1987 的规定执行。钢桶内不加纵筋，钢桶旋转 15min。

4.7.1.5 水容量测定

按 GB/T 7702.5-1997 的规定执行。

表 4 缺陷分类

缺陷分类	缺陷编码	缺陷
致命缺陷	1	沙林或 DMMP 防护时间不合格。
	2	氯化氰防护时间不合格。
	3	氰化氢防护时间不合格。
	4	光气防护时间不合格。
	5	苯蒸气防护时间不合格。
	6	四氯化碳吸附量不合格。
	7	氯乙烷蒸气防护时间不合格。

表 4(续)

缺陷分类	缺陷编码	缺陷
严重缺陷	101	浸渍剂含量不合格。
	102	强度不合格。
	103	水容量不合格。
	104	粒度不合格。
	105	浸渍炭陈化性能不合格。
轻缺陷	201	水分不合格。
	202	着火点不合格。

4.7.1.6 着火点测定

按 GB/T 7702.9-1997 的规定执行。

4.7.1.7 苯蒸气防护时间测定

按 GB/T 7702.11-1997 的规定执行。

4.7.1.8 氯乙烷蒸气防护时间测定

按 GB/T 7702.12-1997 的规定执行。

4.7.1.9 四氯化碳吸附量测定

按 GB/T 7702.13-1997 的规定执行。

4.7.1.10 浸渍炭陈化性能测定

按 GJB 4723-1996 的规定执行。

4.7.2 浸渍剂含量测定

4.7.2.1 铜含量测定

参见附录 A。

4.7.2.2 铬含量测定

参见附录 B。

4.7.2.3 银含量测定

参见附录 C。

4.7.2.4 钼含量测定

参见附录 D。

4.7.2.5 锌含量测定

参见附录 E。

4.7.2.6 氨含量测定

参见附录 F。

4.7.2.7 TEDA 含量测定

参见附录 G。

4.7.3 防护时间

4.7.3.1 动力管检测

防护时间动力管测定试验条件及试验方法按表 5 规定进行。

4.7.3.2 滤毒罐检测

活性炭和浸渍炭在定型和使用过程中, 应进行装填滤毒罐或滤毒器的防护时间检测, 滤毒罐防护时间检测按 GJB 1155A-2004 中 4.7.28~4.7.35 要求进行。

表5 动力管防护时间试验条件及试验方法

检验气体	标准浓度 mg/L	检验浓度 mg/L	气流相对湿度 %	炭的水分 %	试验方法	流速 L/min
苯	18	18±1	50±2	<3	GB/T 7702.11-1997	随活性炭 或浸渍炭 型号而定
四氯化碳	250	250±10	50±2	<3	GB/T 7702.13-1997	
氯乙烷	5	5±0.5	50±2	<3	GB/T 7702.12-1997	
沙林	4	4±0.4	50±2	<3	附录 H	
氰化氢	8	8±0.8	50±2	<3	附录 H	
光气	20	20±2	50±2	<3	附录 H	
氯化氰	9	9±0.9	50±2	<3	附录 H	
	9	9±0.9	80±2	在相对湿度 80± 3%增湿平衡	附录 H	
DMMP	3	3±0.3	50±2	<3	附录 H	

注：试验后，活性炭和浸渍炭的防护时间应校正至表中规定的标准浓度值。

5 交货准备

5.1 包装

活性炭和浸渍炭的包装内层应用密闭的防水、防腐增强塑料袋包装，外包装应使用密封的铁桶。

5.2 标志

应符合 GJB 1765 的规定。每桶应标明批号、毛重和净重、制造日期(年、月、日)与厂名。

5.3 贮存

应符合 GJB 2770 的规定。

5.4 运输

应符合 GJB 1181 的规定。

6 说明事项

6.1 预定用途

本规范规定的军用活性炭和军用浸渍活性炭预定用于装填防毒面具滤毒罐、过滤吸收器及其它专用装备等。

6.2 分类

按生产方法分类：

- a) 活性炭，按用途可分为浸渍炭基炭和特殊用途活性炭等；
- b) 浸渍炭，按浸渍组份分类可分为 ASC 浸渍炭、ASC-T 浸渍炭、ASZM-T 浸渍炭和特殊用途浸渍炭等。

6.3 订购文件中应明确的内容

订购文件应规定下列内容：

- a) 本规范的编号、名称；
- b) 本规范中引用文件的版次；
- c) 包装要求(见 5.1、5.2)；
- d) 产品质量要求(见 3.2)。

6.4 术语和定义

GJB 188.1A 确立的以及下列术语和定义适用于本规范。

6.4.1 水容量 **capacity of water adsorption**

活性炭全部孔隙内部充满水时的最大吸水量。在生产中可以用来估价活性炭的总孔容积。

6.4.2 强度 **hardness**

活性炭及浸渍炭的颗粒机械强度，是反映它们在实际应用中的磨损程度指标。强度值是根据在专用球磨机中的磨损量来确定的。

6.4.3 粒度 **particie size**

物质颗粒大小的量度。

6.4.4 粒度分布 **particle size distribution**

在颗粒系统中不同颗粒度等级的百分构成。

6.4.5 气体吸附 **gas adsurption**

作为吸附质的气体被固体吸附剂吸附的过程。可分为物理吸附和化学吸附两种。

6.4.6 着火点 **ignition temperature**

活性炭或浸渍炭在空气中的着火温度。不同的试验方法有不同的着火温度。着火温度在一定程度上取决于碳化和活化时的温度，并且与某些非碳成分也有关。

6.4.7 陈化 **ageing**

浸渍炭在存放和使用过程中吸着能力随时间变劣的过程。

6.4.8 装填密度 **packed density**

单位体积(包括孔隙体积与颗粒间空隙体积)容器中装填吸附(着)剂的质量。

6.4.9 水分 **moisture content**

活性炭或浸渍炭的含水重量百分率。

附录 A

(资料性附录)

浸渍活性炭中铜含量测定方法

A.1 范围

本方法适用于浸渍炭中铜含量的测定。

A.2 方法提要

应用电解分析法,使铜离子在阴极上还原生成金属铜,根据阴极增加的重量,计算铜的含量。

A.3 试剂、溶液和材料

A.3.1 试剂

试剂有:

- a) 硫酸:分析纯;
- b) 硝酸:分析纯;
- c) 无水乙醇:分析纯。

A.3.2 溶液

提取液:将 30mL 硫酸,注入 70mL 水中,然后再注入 20mL 硝酸,混合时要不断加以搅拌。

A.3.3 材料

定性滤纸:Φ125mm,中速。

A.4 仪器

仪器有:

- a) 天平:最大量程为 100g,感量为 0.0001g;
- b) 电热恒温干燥箱:量程为 0℃~300℃,精度为 ±1℃;
- c) 恒温水浴加热器:量程为 20℃~100℃,精度为 ±1℃;
- d) 电解分析仪;
- e) 铂电极;
- f) 烧杯:200, 300, 400mL;
- g) 玻璃漏斗:70mm~90mm;
- h) 量筒:50, 100mL;
- i) 干燥器:内装无水氯化钙或硅胶。

A.5 试样制备

用四分法取约 10g 样品,置于 105℃~110℃的电热恒温干燥箱内,干燥 3h,然后放入干燥器中冷却备用。

A.6 分析步骤

A.6.1 铜的提取

A.6.1.1 称取烘干后的约 1.0g(精确到 0.001g)试样,放入 200mL 烧杯中,在不断搅拌下,加入 20mL 提取液,在恒温水浴加热器中加热至 70℃~80℃,并在此温度下维持 20min。

A.6.1.2 然后再加入 30mL 热蒸馏水(70℃~80℃),在 70℃~80℃下继续维持 10min,将溶液趁热过滤到 300mL 烧杯中,与沉淀物接触之器皿用约 100mL 热蒸馏水分三至五次进行洗涤,将洗涤液过滤入

滤液中，将所得滤液加热至 60℃~80℃，趁热进行电解。

A. 6. 2 电解分析

A. 6. 2. 1 电解前，先将电极用水和无水乙醇依次洗涤，并在 105℃~110℃下烘 5min~10min，经干燥器冷却后称重。

A. 6. 2. 2 安装电极，应尽可能使阴、阳极放在同心位置上(称重和安装电极时，手指不能接触电极的作用部分)。

A. 6. 2. 3 放上盛有铜溶液的烧杯，使阴极高度的四分之三浸入溶液中，电极与烧杯底的距离应不小于 3mm。

A. 6. 2. 4 对整套仪器进行检查无误后，接通电流进行电解。电解时，电流强度为 1A~3A，电极电压为 2V~5V，搅拌速度为 500r/min~600r/min，电解液的温度为 70℃~80℃。

A. 6. 2. 5 电解 40min 后，检查电解是否完全。其方法是：往烧杯中添加热蒸馏水(70℃~80℃)，使液面升高，继续电解 5min。如阴极的新浸没表面上没有铜析出，则说明电解完毕。如还有铜析出，则再补充电解 5min，然后重复加水进行第二次检查，如电解仍未完全，则本次测定作废。

A. 6. 2. 6 电解完毕后，将电极上升，使完全露出水面，用蒸馏水吹洗后，切断电源，取下阴极，用酒精洗涤，并在 105℃~110℃烘 5min~10min，放入干燥器内冷却并称重，根据其增加的重量，可计算样品中的铜含量。

A. 7 结果计算

样品中铜的含量按公式(A.1)计算：

$$W = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

W ——铜的质量分数，%；

m₂ ——电解后阴极的质量，g；

m₁ ——电解前阴极的质量，g；

m ——样品质量，g。

A. 8 精密度

每个样品进行两次平行测定，取其算术平均值作为测定结果，取三位有效数字。两次平行测定结果的差值应不大于 0.2%，若超过，则进行第三次测定，取三个数据中差值在 0.2%内的两个数据的平均值作为测定结果。若三个数据的差值都超过 0.2%，则测定结果作废，应重新测定。

A. 9 试验报告

试验报告应包括送样单位、样品名称、样品批号、来样日期、试验结果、试验单位、试验者姓名、审核者姓名、签发者姓名、报告日期。

附录 B

(资料性附录)

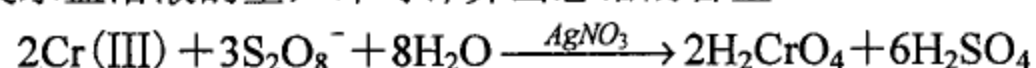
浸渍活性炭中铬含量测定方法

B.1 范围

本方法适用于浸渍炭中总铬含量的测定。

B.2 方法提要

应用氧化还原分析法,先将三价铬用过硫酸铵氧化成六价铬,再用莫尔盐溶液还原六价铬,过量莫尔盐溶液用高锰酸钾溶液滴定,根据高锰酸钾溶液的用量,计算出过量的莫尔盐溶液的量,再根据消耗的莫尔盐溶液的量,即可计算出总铬的含量。



B.3 试剂、溶液和材料

B.3.1 试剂

试剂有:

- a) 硫酸: 分析纯;
- b) 硝酸: 分析纯;
- c) 盐酸: 分析纯;
- d) 尿素: 分析纯;
- e) 硝酸银: 分析纯;
- f) 六水合硫酸亚铁铵: 分析纯;
- g) 高锰酸钾: 分析纯。

B.3.2 溶液

溶液有:

- a) 提取液: 将 30mL 的硫酸,注入 70mL 水中,然后再注入 20mL 硝酸,混合时要不断搅拌;
- b) 盐酸溶液: 10%;
- c) 硝酸银溶液: 2.5%;
- d) 过硫酸铵溶液: 10%;
- e) 莫尔盐溶液: 0.1mol/L;
- f) 高锰酸钾标准溶液: 0.02mol/L。

B.3.3 材料

定性滤纸: $\Phi 125\text{mm}$, 中速。

B.4 仪器

仪器有:

- a) 天平: 最大量程为 100g, 感量为 0.0001g;
- b) 电热恒温干燥箱: 量程为 $0^\circ\text{C} \sim 300^\circ\text{C}$, 精度为 $\pm 1^\circ\text{C}$;
- c) 恒温水浴加热器: 量程为 $20^\circ\text{C} \sim 100^\circ\text{C}$, 精度为 $\pm 1^\circ\text{C}$;
- d) 三角烧瓶: 100, 300mL;

- e) 移液管: 20mL;
- f) 玻璃漏斗: 70mm~90mm;
- g) 量筒: 50, 100mL;
- h) 干燥器: 内装无水氯化钙或硅胶。

B.5 试样制备

用四分法取约 10g 样品, 置于 105℃~110℃的电热恒温干燥箱内, 烘 3h, 烘干后的样品放入干燥器中冷却备用。

B.6 分析步骤

B.6.1 铬的提取

B.6.1.1 称取约 0.5g(准确到 0.0001g)样品, 放入 100mL 三角烧瓶中, 在不断搅拌下, 加入 20mL 提取液, 低温加热至 70℃~80℃, 并在此温度下维持 20min。

B.6.1.2 加入 30mL 热蒸馏水(70℃~80℃), 在 70℃~80℃下继续维持 10min, 然后将溶液趁热过滤至 300mL 三角烧瓶中, 与沉淀物接触之器皿用约 100mL 热蒸馏水分三至五次进行洗涤, 将洗涤液过滤入滤液中。

B.6.2 滴定分析

B.6.2.1 向滤液中加入 2.5%的硝酸银溶液 2mL, 将溶液加热至沸腾。再加入 10mL 新配制的 10%过硫酸铵溶液, 加热煮沸 10min。然后再加入 10%盐酸溶液 3mL, 在恒温水浴中加热(保持沸腾)约 15min, 直到溶液呈透明为止。

B.6.2.2 溶液冷却后, 加入 0.5g 尿素和 0.1mol/L 莫尔盐溶液 20mL(用移液管准确加入), 过量的莫尔盐溶液用 0.02mol/L 高锰酸钾标准溶液进行滴定, 当溶液由深绿色变为略带红的淡绿色即为滴定终点。

B.6.3 空白滴定

B.6.3.1 在 300mL 三角烧瓶中, 加入 20mL 提取液和 30mL 蒸馏水, 加热至 70℃~80℃并维持 20min。再加入约 100mL 蒸馏水和 2.5%的硝酸银溶液 2mL, 加热至沸腾, 再加入 10mL 新配制的 10%过硫酸铵溶液, 加热煮沸 10min。

B.6.3.2 加入 10%盐酸溶液 3mL, 在恒温水浴中加热(保持沸腾)约 15min, 直到溶液呈透明为止。溶液冷却后, 加入 0.5g 尿素和 0.1mol/L 莫尔盐溶液 20mL(用移液管准确加入), 用 0.02mol/L 高锰酸钾标准溶液进行滴定, 终点呈微弱的玫瑰色。

B.7 结果计算

样品中总铬的含量按公式(B.4)计算:

$$W = \frac{5[(V_1 - V_2)/1000]c \cdot M}{3m} \times 100 \dots \dots \dots (B.4)$$

式中:

W ——总铬的质量分数, %;

V₁ ——空白滴定时, 高锰酸钾标准溶液消耗的体积, mL;

V₂ ——滴定样品时, 高锰酸钾标准溶液消耗的体积, mL;

c ——高锰酸钾标准溶液浓度的准确数值, mol/L;

M ——铬的摩尔质量, g/mol (M=52.00);

m ——样品质量, g。

B.8 精密度

每个样品进行两次平行测定, 取其算术平均值作为测定结果, 取三位有效数字。两次平行测定结果

的差值应不大于 0.2%，若超过上值，则进行第三次测定，取三个数据中差值在 0.2% 内的两个数据的平均值作为测定结果。若三个数据的差值都超过 0.2%，则测定结果作废，应重新测定。

B.9 试验报告

试验报告应包括送样单位、样品名称、样品批号、来样日期、试验结果、试验单位、试验者姓名、审核者姓名、签发者姓名、报告日期。

附录 C

(资料性附录)

浸渍活性炭中银含量测定方法

C.1 范围

本方法适用于浸渍炭中银含量的测定。

C.2 方法提要

在硝酸溶液中，银离子和氯离子生成悬浮有氯化银沉淀的混浊溶液，将此溶液与含已知氯化银量的标准混浊液比较，即可得出试样中银的含量。

C.3 试剂、溶液和材料

C.3.1 试剂

试剂有：

- a) 硝酸：分析纯；
- b) 盐酸：分析纯；
- c) 氨水：分析纯；
- d) 硝酸铜：分析纯；
- e) 硝酸银：分析纯；
- f) 氨水：分析纯。

C.3.2 溶液

溶液有：

- a) 氨水溶液：25%；
- b) 盐酸溶液：0.1mol/L；
- c) 硝酸溶液：33%；
- d) 硝酸铜溶液：铜含量为1%；
- e) 银标准溶液：准确称取经 105℃~110℃烘 3h 的硝酸银 1.575g±0.001g，移入 1000mL 容量瓶中，加蒸馏水至刻线并摇匀，称为一号溶液，盛于干燥的棕色瓶中，存放于暗处。用移液管吸取 10mL 一号溶液注入 100mL 容量瓶中，加蒸馏水至刻度，称为二号溶液。二号溶液内含银量为 0.1mg/mL，须用时配制。

C.3.3 材料

定性滤纸：Φ125mm，中速。

C.4 仪器

仪器有：

- a) 天平：最大量程为 100g，感量为 0.0001g；
- b) 电热恒温干燥箱：量程为 0℃~300℃，精度为±1℃；
- c) 恒温水浴加热器：量程为 20℃~100℃，精度为±1℃；
- d) 容量瓶：100，1000mL；
- e) 三角烧瓶：100mL；
- f) 比色管：100mL；
- g) 玻璃漏斗：70mm~90mm；

- h) 量筒: 50, 10mL;
i) 干燥器: 内装无水氯化钙或硅胶。

C.5 试样制备

用四分法取约 10g 样品, 置于 105℃~110℃ 的电热恒温干燥箱内, 烘 3h, 烘干后的样品放入干燥器中冷却备用。

C.6 分析步骤

C.6.1 标准比浊液配制

C.6.1.1 用移液管分别吸取 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10mL 二号溶液于七个 100mL 比色管中, 加蒸馏水使溶液体积均达到 10mL。然后加入二至三滴 33% 的硝酸溶液、10mL 0.1mol/L 的盐酸溶液和根据样品铜含量计算的硝酸铜溶液(含铜量为 10% 时加 5mL, 12% 时加 6mL, 其余类推)。

C.6.1.2 放置 20min 后, 往每个比色管中加 25% 的氨水溶液 4mL 及适量蒸馏水, 使总体积达到 50mL。然后加入 33% 的硝酸溶液 5mL, 以上各步骤均需要搅拌, 并且注意最后酸化一步, 要与分析样品液的酸化同时进行, 将溶液放置冷却。

C.6.1.3 上述标准比浊液中银的含量分别为 0.04%, 0.05%, 0.06%, 0.07%, 0.08%, 0.09%, 1.0%。

C.6.2 银的提取

C.6.2.1 称取 1.00g±0.01g 样品, 放入 100mL 三角烧瓶中, 加入 33% 的硝酸溶液 20mL, 煮沸 30min。冷却后用倾泻法将溶液倒至 100mL 容量瓶中, 在留有样品的三角烧瓶中加入 33% 的硝酸溶液 10mL, 继续加热煮沸 15 分钟, 冷却后过滤入上述容量瓶中。

C.6.2.2 用 25% 的氨水溶液 20mL 分两次将烧瓶及滤纸上的样品进行洗涤, 滤液用 25% 的氨水溶液小心中和, 然后再加入 25% 的氨水溶液 4mL, 用蒸馏水加至刻度线, 摇匀后将氢氧化铁沉淀滤去。

C.6.3 比色分析

C.6.3.1 取上述溶液 50mL 放在比色管中, 在不断搅拌下加入 0.1mol/L 盐酸溶液 1mL 和 33% 的硝酸溶液 5mL(最后酸化一步, 与标准液同时进行)。

C.6.3.2 待溶液冷却后, 与标准比浊液比较浊度(此时可在比色管后放黑纸以便比较), 以得出浊度最相近的银含量数值。

C.7 结果计算

样品中银的含量按公式(C.1)计算:

$$W=2A \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

W ——银的质量分数, %;

A ——与试样比色管浊度最相近的标准比浊液的银含量, %。

C.8 精密度

每个样品进行两次平行测定, 取其算术平均值作为测定结果, 取两位有效数字。两次平行测定结果的差值应不大于 0.02%, 若超过上值, 则进行第三次测定, 取三个数据中差值在 0.02% 内的两个数据的平均值作为测定结果。若三个数据的差值都超过 0.02%, 则测定结果作废, 应重新测定。

C.9 试验报告

试验报告应包括送样单位、样品名称、样品批号、来样日期、试验结果、试验单位、试验者姓名、审核者姓名、签发者姓名、报告日期。

附录 D

(资料性附录)

浸渍活性炭中钼含量测定方法

D.1 范围

本方法适用于浸渍炭中钼含量的测定。

D.2 方法提要

应用重量法，使钼生成钼酸铅沉淀，根据钼酸铅的重量，计算钼的含量。

D.3 试剂、溶液和材料

D.3.1 试剂

试剂有：

- a) 氨水：分析纯；
- b) 盐酸：分析纯；
- c) 乙二胺四乙酸二钠：分析纯；
- d) 乙酸铵：分析纯；
- e) 乙酸：分析纯；
- f) 乙酸铅：分析纯；
- g) 硝酸铵：分析纯。

D.3.2 溶液

溶液有：

- a) 提取液：将 50mL 浓氨水注入 50mL 水中，混合时要不断搅拌；
- b) 盐酸溶液：20%；
- c) 乙二胺四乙酸二钠溶液：5%；
- d) 乙酸铵溶液：50%；
- e) 乙酸铅溶液：2%；
- f) 硝酸铵溶液：5%。

D.3.3 材料

材料有：

- a) 定性滤纸：Φ125mm，中速；
- b) 定量滤纸：Φ125mm，慢速。

D.4 仪器

仪器有：

- a) 天平：最大量程为 100g，感量为 0.0001g；
- b) 电热恒温干燥箱：量程为 0℃~300℃，精度为 ±1℃；
- c) 恒温水浴加热器：量程为 20℃~100℃，精度为 ±1℃；
- d) 高温炉：量程为 200℃~900℃，精度为 ±1℃；
- e) 瓷坩埚：50mL；
- f) 坩埚钳；
- g) 量筒：50，100mL；

- h) 烧杯: 200, 400mL;
- i) 玻璃漏斗: 70mm~90mm;
- j) 干燥器: 内装无水氯化钙或硅胶。

D.5 试样制备

用四分法取约 10g 样品, 置于 105℃~110℃ 的电热恒温干燥箱内, 干燥 3h, 然后放入干燥器中冷却备用。

D.6 分析步骤

D.6.1 钼的提取

D.6.1.1 称取约 1.0g (准确到 0.0001g) 样品, 放入 200mL 烧杯中, 在不断搅拌下, 加入 30mL 提取液, 低温加热至 50℃~60℃, 并在此温度下维持 20min。

D.6.1.2 然后再加入 20mL 提取液, 加热至 50℃~60℃, 继续维持 10min, 将溶液趁热过滤到 400mL 烧杯中, 与沉淀物接触之器皿用 50℃~60℃ 蒸馏水约 100mL 分三至五次进行洗涤, 将洗涤液过滤入滤液中。

D.6.2 钼的分析

D.6.2.1 在不断搅拌下往滤液中滴加盐酸溶液至溶液由深兰色变为浅兰或浅绿色, 此时溶液 pH 值为 4~5。然后加入乙二胺四乙酸二钠溶液 10mL、乙酸铵溶液 10mL 及乙酸溶液 10mL, 加热, 在沸腾状态下滴加乙酸铅溶液至出现沉淀后, 再逐滴加乙酸铅溶液 50mL, 并不断搅拌, 盖上表面皿继续煮沸 15min 后取下, 在 60℃~80℃ 保温静置 45min。

D.6.2.2 用盛有少量滤纸浆的慢速滤纸过滤, 以硝酸铵热溶液冲洗烧杯壁的沉淀, 并用带橡皮头的玻璃棒擦拭附于烧杯壁的沉淀, 然后洗涤沉淀 6~8 次, 将沉淀连同滤纸置于已知质量的瓷坩埚中, 炭化后于 600℃ 高温炉中灼烧 2h。

D.6.2.3 将灼烧后的坩埚移入干燥器内, 冷却至室温, 称量, 再灼烧, 以后每灼烧 30min 称量一次, 直至质量变化不超过 0.0010g 为止。

D.7 计算

样品中钼的含量按公式 (D.1) 计算:

$$W = \frac{(m_2 - m_1)M/M_0}{m} \times 100 \dots \dots \dots (D.1)$$

式中:

W —— 钼的质量分数, %;

m_2 —— 瓷坩埚连同灼烧沉淀的质量, g;

m_1 —— 瓷坩埚的空质量, g;

M —— 钼的摩尔质量, g/mol ($M=95.94$);

M_0 —— 钼酸铅的摩尔质量, g/mol ($M_0=367.14$);

m —— 样品质量, g。

D.8 精密度

每个样品进行三次平行测定, 取其算术平均值作为测定结果, 取三位有效数字。三次平行测定结果的差值应不大于 0.2%, 若超过上值, 则进行第四次测定, 取四个数据中差值在 0.2% 内的三个数据的平均值作为测定结果。若四个数据的差值都超过 0.2%, 则测定结果作废, 应重新测定。

D.9 试验报告

试验报告应包括送样单位、样品名称、样品批号、来样日期、试验结果、试验单位、试验者姓名、审核者姓名、签发者姓名、报告日期。

附录 E

(资料性附录)

浸渍活性炭中锌含量测定方法

E.1 范围

本方法适用于浸渍炭中锌含量的测定。

E.2 方法提要

应用络合滴定法,在 pH 为 5~6 介质中,以二甲酚橙为指示剂,用 EDTA(乙二胺四乙酸二钠)标准溶液滴定锌,根据 EDTA 标准溶液的消耗量,计算出锌的含量。

E.3 试剂、溶液和材料

E.3.1 试剂

试剂有:

- a) 硫酸:分析纯;
- b) 硝酸:分析纯;
- c) 氟化钠:分析纯;
- d) 硫脲:分析纯;
- e) 六次甲基四胺:分析纯;
- f) EDTA:分析纯;
- g) 甲基橙:指示剂;
- h) 二甲酚橙:指示剂。

E.3.2 溶液

溶液有:

- a) 提取液:将 20mL 硫酸注入 70mL 水中,再注入硝酸 20mL,混合时要不断搅拌;
- b) 氟化钠饱和溶液;
- c) 硫脲饱和溶液;
- d) 六次甲基四胺溶液:30%;
- e) EDTA 标准溶液:0.02mol/l;
- f) 甲基橙溶液:0.1%;
- g) 二甲酚橙溶液:0.5%。

E.3.3 材料

定性滤纸:Φ125mm,中速。

E.4 仪器

仪器有:

- a) 天平:感量为 0.0001g,最大量程为 100g;
- b) 电热恒温干燥箱:量程为 0℃~300℃,精度为 ±1℃;
- c) 恒温水浴加热器:量程为 20℃~100℃,精度为 ±1℃;
- d) 烧杯:200mL;
- e) 玻璃漏斗:70mm~90mm;
- f) 锥形瓶:300mL;

- g) 量筒: 50, 100mL;
- h) 滴定管: 25mL;
- i) 干燥器: 内装无水氯化钙或硅胶。

E. 5 试样制备

用四分法取约 10g 样品, 置于 105℃~110℃ 的电热恒温干燥箱内, 干燥 3h, 然后放入干燥器中冷却备用。

E. 6 分析步骤

E. 6.1 锌的提取

E. 6.1.1 称取约 0.5g 样品 (精确到 0.0001g), 放入 200mL 烧杯中, 在不断搅拌下, 加入 20mL 提取液, 低温加热至 70℃~80℃ (注意不要沸腾), 并在此温度下维持 20min。

E. 6.1.2 加入 20mL 热蒸馏水, 重新加热至 80℃~100℃, 继续维持 10min, 将溶液趁热过滤到 300mL 锥形瓶中, 与沉淀物接触之器皿用 70℃~80℃ 蒸馏水约 100mL 分三至四次进行洗涤, 将洗涤液过滤入滤液中。

E. 6.2 锌的分析

E. 6.2.1 滤液中加入 1mL 氟化钠饱和溶液、2mL 硫脲饱和溶液, 滴加甲基橙指示剂一滴, 以六次甲基四胺调节至红色恰好消失, 并过量 10mL。

E. 6.2.2 加二甲酚橙指示剂三滴, 以 0.02mol/L 的 EDTA 标准溶液滴定至溶液由红色变为黄色即为终点, 根据滴定消耗的 EDTA 标准溶液的体积, 计算样品中锌的含量。

E. 7 结果计算

样品中锌的含量按公式 (E.1) 计算:

$$W = \frac{(V/1000)c \cdot M}{m} \times 100 \dots \dots \dots (E.1)$$

式中:

- W* —— 锌的质量分数, %;
- V* —— 滴定时消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积, mL;
- c* —— EDTA 标准溶液的浓度, mol/L;
- M* —— 锌的摩尔质量, g/mol (*M*=65.38);
- m* —— 样品质量, g。

E. 8 精密度

每个样品进行三次平行测定, 取其算术平均值作为测定结果, 取三位有效数字。三次平行测定结果的差值应不大于 0.3%, 若超过上值, 则进行第四次测定, 取四个数据中差值在 0.3% 内的三个数据的平均值作为测定结果。若四个数据的差值都超过 0.3%, 则本次测定作废, 应重新测定。

E. 9 试验报告

试验报告应包括送样单位、样品名称、样品批号、来样日期、试验结果、试验单位、试验者姓名、审核者姓名、签发者姓名、报告日期。

附录 F

(资料性附录)

浸渍活性炭中氨含量测定方法

F.1 范围

本方法适用于浸渍炭中氨含量的测定。

F.2 方法提要

在加热条件下用碱处理浸渍活性炭,而使氨逸出,逸出氨为过量的硼酸溶液所吸收,在用标准的硫酸溶液滴定,根据硫酸溶液的用量,即可计算出氨的含量。

F.3 试剂和溶液

F.3.1 试剂

试剂有:

- a) 硫酸: 分析纯;
- b) 氢氧化钠: 分析纯;
- c) 硼酸: 分析纯;
- d) 甲基橙: 指示剂。

F.3.2 溶液

溶液有:

- a) 氢氧化钠溶液: 5%;
- b) 硼酸溶液: 4%;
- c) 硫酸标准溶液: 0.05mol/L;
- d) 甲基橙溶液: 0.1%。

F.4 仪器和装置

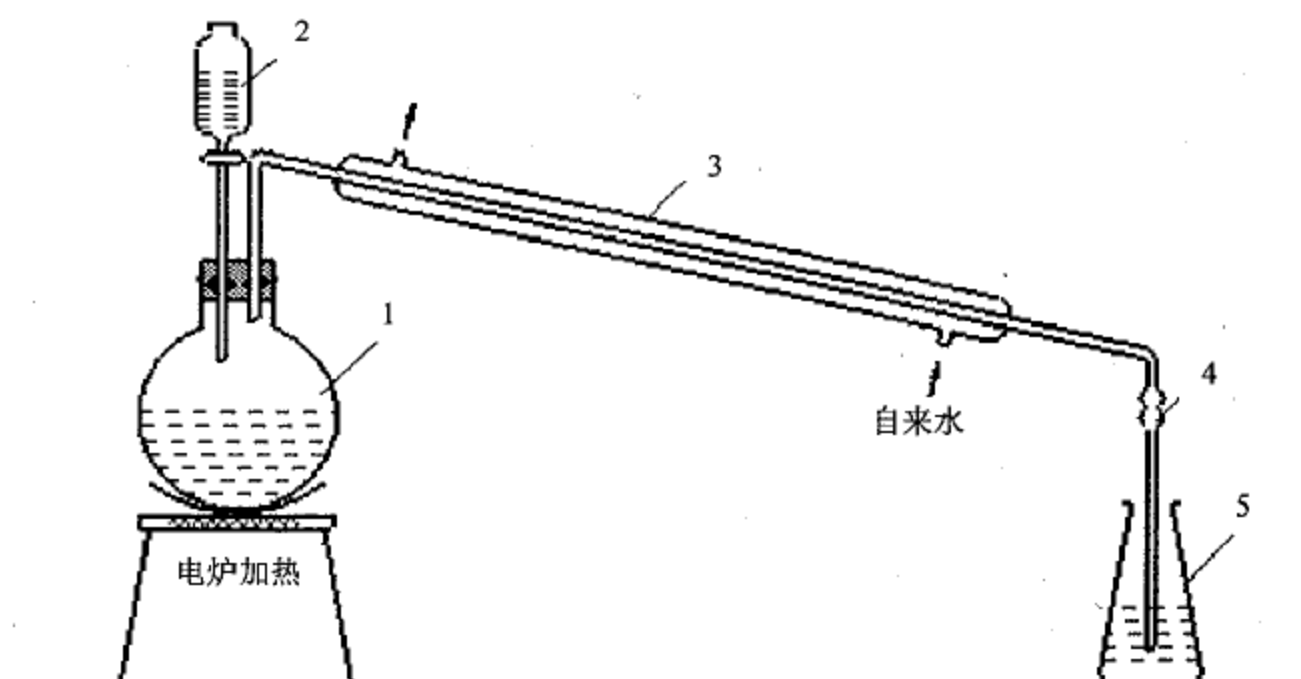
F.4.1 仪器

仪器有:

- a) 天平: 最大量程为 100g, 感量为 0.0001g;
- b) 圆底烧瓶: 500mL;
- c) 加液漏斗: 100mL;
- d) 冷凝器;
- e) 球形扩张管;
- f) 量筒: 50, 100mL;
- g) 三角烧瓶: 250mL。

F.4.2 装置

装置示意图见图 F.1, 部件连接处都应用橡皮塞或橡皮管。



1—圆底烧瓶；2—加液漏斗；3—冷凝器；4—球形扩张管；5—三角烧瓶

图 F.1 测定氨含量仪器装置示意图

F.5 试样制备

用四分法取约 10g 样品，置于 105℃~110℃ 的电热恒温干燥箱内，干燥 3h，然后放入干燥器中冷却备用。

F.6 分析步骤

F.6.1 氨的提取

F.6.1.1 称取约 4g (精确到 0.001g) 样品，放入 500mL 圆底烧瓶中，在烧瓶口上安装加液漏斗和泡沫捕集器，泡沫捕集器的另一端和冷凝管相连，冷凝管下端又与球形扩张管相连，球形扩张管浸没于盛有 50mL 4% 的硼酸溶液三角烧瓶中。

F.6.1.2 从加液漏斗中加入 100mL 蒸馏水和 15% 的氢氧化钠溶液 50mL。开启冷却水源，加热使溶液沸腾。继续蒸馏，直至烧瓶中溶液体积减少到原有的三分之一时，移去热源，停止加热，关闭冷却水源，下降盛有硼酸溶液的三角烧瓶，使球形扩张管露出液面。

F.6.1.3 用蒸馏水冲洗冷凝管和球形扩张管，洗涤水收集在盛有硼酸溶液的三角烧瓶中。

F.6.2 氨的分析

取下三角烧瓶，加甲基橙指示剂两滴，用 0.05mol/L 硫酸标准溶液滴定至溶液变为红色即为终点，根据滴定消耗的硫酸标准溶液的体积，计算样品中氨的含量。

F.7 结果计算

样品中氨的含量按公式 (F.2) 计算：

$$W = \frac{(V/1000)c \cdot M}{m} \times 100 \dots\dots\dots (F.2)$$

式中：

- W —— 氨的质量分数，%；
- V —— 硫酸标准溶液消耗的体积，mL；
- c —— 硫酸标准溶液浓度，mol/L；
- M —— 氨的摩尔质量，g/mol (M=17.03)；
- m —— 样品质量，g。

F.8 精密度

每个样品进行两次平行测定,取其算术平均值作为测定结果,取两位有效数字。两次平行测定结果的差值应不大于 0.02%,若超过上值,则进行第三次测定,取三个数据中差值在 0.02%内的两个数据的平均值作为测定结果。若三个数据的差值都超过 0.02%,则测定结果作废,应重新测定。

F.9 试验报告

试验报告应包括送样单位、样品名称、样品批号、来样日期、试验结果、试验单位、试验者姓名、审核者姓名、签发者姓名、报告日期。

附录 G

(资料性附录)

浸渍活性炭中三乙烯二胺含量测定方法

G.1 范围

本方法规定了浸渍炭中 TEDA (三乙烯二胺) 含量的测定。

G.2 方法提要

用甲醇提取浸渍活性炭中的 TEDA, 用气相色谱分析提取液中的 TEDA 的含量。

G.3 试剂和溶液

G.3.1 试剂

试剂有:

- a) 甲醇: 分析纯;
- b) TMEDA: 分析纯。

G.3.2 溶液

溶液有:

- a) 四甲基二胺标准溶液: 称取 0.150g-0.200g (X) TMEDA, 放入 50mL 容量瓶, 用甲醇稀释到刻度;
- b) TEDA 标准溶液: 称量重量分别为 0.015g±0.001g, 0.030g±0.001g, 0.045g±0.001g 的三种标准重量的 TEDA, 分别放入 50mL 容量瓶中, 各加入 5mL 四甲基二胺标准溶液, 用甲醇稀释到刻度。

G.4 仪器

仪器有:

- a) 气相色谱仪: 带 FID 检测器、分流进样口;
- b) 天平: 量程为 0g~200g, 感量为 0.0001g;
- c) 电热恒温干燥箱: 温度为 0℃~300℃, 精度为 ±1℃;
- d) 恒温水浴加热器: 温度为 20℃~100℃, 精度为 ±1℃;
- e) 烧杯: 200mL;
- f) 平底烧瓶: 50mL;
- g) 量筒: 50, 100mL;
- h) 容量瓶: 50mL;
- i) 干燥器: 内装无水氯化钙或变色硅胶;
- j) 回流冷凝管;
- k) 电炉: 300W。

G.5 试样制备

用四分法取约 10g 样品, 置于 105℃~110℃ 的电热恒温干燥箱内, 干燥 3h, 然后放入干燥器中冷却备用。

G.6 分析步骤

G.6.1 TEDA 的提取

取 $1.000\text{g} \pm 0.010\text{g}$ 浸渍活性炭样品, 立即放入 50mL 平底烧瓶中, 用量筒加入 10mL 甲醇, 上面连接一个带回流的冷凝管, 在电炉上加热回流 15min~20min, 将烧瓶从电炉上移开, 自然冷却至室温, 去掉回流装置, 将提取液倒入一个 50mL 的容量瓶。将以上提取过程重复三次以上, 将甲醇提取液合入容量瓶, 再用 5mL 甲醇冲洗浸渍活性炭样品, 将冲洗液倒入容量瓶。

G.6.2 样品溶液制备

在 G.6.1 中得到的样品 TEDA 溶液中加入 5mL 四甲基二胺标准溶液, 用甲醇稀释到刻度。

G.6.3 气相色谱分析

用气相色谱分析 TEDA 标准样品及待测样品。分析所用色谱条件为:

- a) 色谱柱: BP10 毛细柱, 柱长为 25m, 内径为 0.32mm;
- b) 分流进样口: 160°C , 分流进样;
- c) FID 检测器: 200°C , 进口压力为 41.4Pa (6psi);
- d) 载气: 氮气;
- e) 进样体积: $1\mu\text{L}$;
- f) 程序升温: 1min 升至 65°C , 然后以 $30^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度升温至 170°C , 170°C 停留 2min。

G.7 结果计算

测量标样和待测样品的 TEDA 峰面积, 计算每一种溶液的 TEDA/TMEDA 的峰面积比 S , 多次进样, 计算每一种溶液的 TEDA/TMEDA 的峰面积比平均值及 TEDA/TMEDA 的浓度比 C (TMEDA 在所有溶液中的浓度为 $X/10\text{g}50\text{mL}$)。用浓度比对面积比作图, 线性回归得到斜率 M 。浓度比 C 可按公式 (G.1) 计算:

$$C = S \times M \dots\dots\dots (G.1)$$

式中:

C —— 浓度比;

S —— 面积比;

M —— 线性回归的斜率。

样品中 TEDA 的含量按公式 (G.2) 计算:

$$A = \frac{C \times X/10}{G} \times 100 \dots\dots\dots (G.2)$$

式中:

A —— 样品中 TEDA 的含量, %;

C —— 浓度比;

$X/10$ —— TEDA/TMEDA 的浓度比;

G —— 样品质量, g。

G.8 精密度

每个样品进行两次平行测定, 取其算术平均值作为测定结果, 取两位有效数字。两次平行测定结果的差值应不大于 0.02%, 若超过上值, 则进行第三次测定, 取三个数据中差值在 0.02% 内的两个数据的平均值作为测定结果。若三个数据的差值都超过 0.02%, 则测定结果作废, 需重新测定。

G.9 试验报告

试验报告应包括送样单位、样品名称、样品批号、来样日期、试验结果、试验单位、试验者姓名、审核者姓名、签发者姓名、报告日期。

附录 H
(资料性附录)

浸渍活性炭防护时间测定 动力管试验方法

警告：沙林、光气、氯化氰和氰化氢为剧毒化学品，操作时应在通风良好的通风柜内进行，并备有相应的消毒液、解毒药和完好的防护用品。操作时至少有二人在场，试验后的废弃物应及时进行消毒处理。

H.1 范围

本方法规定了浸渍炭对沙林、光气、氯化氰和氰化氢及 DMMP 防护时间的动力管测定方法。

H.2 方法提要

在规定的试验条件下，将含有毒剂蒸气的空气流通过动力管中浸渍活性炭层，用化学方法指示毒剂蒸气透过炭层的时间，从通入开始，至透过浓度达到规定值，经浓度校正系数换算后的时间称为浸渍活性炭对毒剂蒸气的防护时间。

H.3 试验装置和试验条件

H.3.1 试验装置

试样和仪器准备应符合 GB/T 7702.10-1997 中 5.1~5.6, 6.1~6.3 的要求。其中钢瓶用于储存氯化氰、光气，舟形瓶用于发生氰化氢蒸气。

通过测定管的空气流量，按公式(H.1)计算：

$$Q = v \times S \dots\dots\dots (H.1)$$

式中：

Q ——测定管的空气流量，L/min；

S ——测定管的截面积，cm²；

v ——通过炭层的气流比速，L/(min·cm²)。

流量计的校正曲线可以查出该流量下的压差液柱高度。

混合空气温度、湿度的控制和测定应符合 GB/T 7702.10-1997 中 6.5~6.6 的要求。

混合空气流中毒剂蒸气的浓度的测定应符合 GB/T 7702.10-1997 中 6.7.1 的要求。

H.3.2 试验条件

试验条件为：

- a) 试验气流温度：15℃~30℃，试验结果修正至 20℃；
- b) 试验气流相对湿度：48%~52%，增湿试验时为 77%~83%；
- c) 通过炭层的气流比速：0.20L/(min·cm²)~0.80 L/(min·cm²)，可根据需要的使用条件选定；
- d) 炭层高度：一般应为浸渍活性炭颗粒直径的 10 倍~15 倍，通常情况下浸渍活性炭颗粒直径小于 1.5mm 时，炭层高度为 20mm；
- e) 炭样的水份：不大于 3%(增湿试验时，炭吸水量为空气相对湿度等于 80%时的平衡值)；
- f) 气流中毒剂蒸气的浓度见表 5。

H.4 样品

H.4.1 样品制备

将试样置于 120℃ 的电热恒温干燥箱内干燥 2h，放入干燥器中冷却备用，使试样水份不大于 1%。增湿试验时增湿样品应在增湿平衡后迅速进行试验。

H.4.2 测定管的装填

H.4.2.1 将测定管置于垂直固定于振动台的夹具上，将浸渍活性炭加入测定管中，至测定管高度的一半时，放入压锤并使其上的水平刻度线与测定管管口平面平行，启动振动台同时调节振幅使金属锤在测定管中作缓慢旋转振动，振至试样炭层不再下降后，移开压锤，继续在测定管中装入炭样至其高度略高于测定管上沿，在此放入金属锤并按上述方法操作 1min 后停止。

H.4.2.2 检查压锤上沿与测定管管体上沿是否平齐，不平齐时应调节试样量后再振直至平齐为止。取出压锤，将测定管固定筛板置于浸渍活性炭上，盖上测定管上盖后将测定管从振动台夹具上取下。

H.4.2.3 对测定管进行气密性检查，气密性合格后方可在试验中使用，否则应按上述步骤重新装填。装填好的测定管如不能立即进行测试时，应置于干燥器中竖直保存备用。

H.5 浓度分析(适用于氯化氰和氰化氢蒸气浓度)

H.5.1 样品吸收

吸收瓶是由两个各装 25mL 吸收液的玻璃瓶串联而成。染毒空气经调节阀进入吸收瓶，此时毒剂蒸气被吸收液吸收，洁净空气流入马利奥特瓶。也可在吸收瓶后连接一个 50mL/min~100mL/min 的流量计，计量通过吸收瓶的气体体积。试验开始后，染毒空气以 50mL/min~100mL/min 的速度通过吸收瓶，试验结束后关闭染毒空气。用化学分析方法分析吸收瓶所吸收的毒剂蒸气量，再根据所测得的经过吸收瓶的气体体积，计算出染毒空气中毒剂蒸气的浓度。

H.5.2 毒剂蒸气透过试样层的判断方法

判断方法如下：

- a) 氰化氢：应符合 GB/T 2892-1995 中 3.2.3.3 的规定；
- b) 氯化氰：应符合 GB/T 2892-1995 中 3.3.3.3 的规定；
- c) 光气：应符合 GJB 3662-1999 中 3.5.5.2.4 的规定；
- d) 沙林：应符合 GJB 1155A-2004 中 A3.1.2 和 A.6.4 的规定；
- e) DMMP：同沙林。

H.6 测定步骤

将测定管及装有指示剂的指示瓶接入仪器，调节试验温度、湿度和流量计流量至规定条件后，开始试验并记录开始时间。当指示剂开始变色时记下时间，减去试验开始时间即为该试样在该试验浓度下的防护时间。当所有试样的指示剂瓶都变色后，试验结束。试验结束后继续用干净空气吹洗仪器管路 10min。每种待测样品应进行重复试验。

H.7 结果处理

测定结果的处理应符合 GB/T 7702.10-1997 中 8.1~8.2 的规定。

参 考 文 献

- [1] GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备
 - [2] GB/T 2892-1995 过滤式防毒面具滤毒罐性能试验方法
 - [3] GJB 3662-1999 军用过滤式防毒面具试验方法
-

中华人民共和国
国家军用标准
军用活性炭和浸渍活性炭通用规范
GJB 1468A-2007

*

总装备部军标出版发行部出版
(北京东外京顺路7号)
总装备部军标出版发行部印刷车间印刷
总装备部军标出版发行部发行
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 2¼ 字数 68 千字
2007年10月第1版 2007年10月第1次印刷
印数 1-500

*

军标出字第 6971 号 定价 23.00 元

