

ICS 75.160.10
D 24



中华人民共和国国家标准

GB/T 7702.7—2008
代替 GB/T 7702.7—1997

煤质颗粒活性炭试验方法 碘吸附值的测定

Test method for granular activated carbon from coal
—Determination of iodine number

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 发布
中国国家标准化管理委员会

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 第 7 部分。

本部分代替 GB/T 7702.7—1997《煤质颗粒活性炭试验方法 碘吸附值的测定》。

本部分修改采用美国 ASTM D 4607:1994(2006 年重新确认)《活性炭碘值的标准测试方法》。本部分做了如下修改：

- a) 按我国国家标准规定，对量的单位修改为我国法定计量单位；
- b) 同实验室内测定的两个结果的差值：美国 ASTM D 4607:1994 规定不大于 5.6%。本部分规定不大于 2%；
- c) 在两个不同实验室间测定结果的差值：美国 ASTM D 4607:1994 规定不大于 10.2%。本部分规定不大于 5%；
- d) 增加了对试验报告的规定。

本部分与 GB/T 7702.7—1997 相比主要差异为：

- a) 修改测定步骤与美国 ASTM D 4607:1994(2006 年重新确认)取得了一致；
- b) 试验筛改为 $\phi 200 \times 50 - 0.075/0.050$ 方孔；
- c) 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：迟广秀、元以栋、程清俊、李维冰、赵继军、庞惠生、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 碘吸附值的测定

1 范围

本部分规定了煤质颗粒活性炭碘吸附值的测定原理、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碘吸附值的测定,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 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 622 化学试剂 盐酸(GB/T 622—2006,ISO 6353-2:1983,NEQ)

GB/T 675 化学试剂 碘(GB/T 675—1993,neq ISO 6353-3:1987 R68)

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

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

吸附碘量 capacity of iodine adsorption

在规定的试验条件下,活性炭与碘液充分振荡吸附后,活性炭吸附碘的毫克数。

3.2

E 值 E number

每克活性炭吸附碘量。

3.3

碘吸附值 iodine number

在碘吸附等温线上,剩余浓度为 0.02 mol/L 时每克活性炭的吸附碘量。

4 原理

在规定条件下,定量的试料与碘标准溶液充分振荡吸附后,用滴定法测定溶液剩余碘量,求出每个试料吸附碘的毫克数,绘制吸附等温线。用剩余碘浓度为 0.02 mol/L 时每克试料吸附的碘量表示活性炭对碘的吸附值。

5 试剂和材料

5.1 水,GB/T 6682,三级水。

5.2 盐酸溶液,配制质量分数为5%的盐酸溶液。量取70 mL盐酸(GB/T 622,分析纯),缓慢注入550 mL水中,混匀。

5.3 碘标准滴定溶液, $c(1/2I_2) = 0.1 \text{ mol/L}$,称取12.700 g碘(GB/T 675,分析纯)及19.100 g碘化钾(GB/T 1272,分析纯),置于烧杯中,加入约5 mL水搅拌均匀,在搅拌过程中继续多次加水(每次约5 mL),直至溶液体积达到50 mL~60 mL。混合后的溶液需放置4 h以上(以保证所有晶体全部溶解),在放置4 h内应搅拌二至三次。将该溶液移至1 L的棕色容量瓶中,稀释至刻度。按GB/T 601—2002中4.9.2的规定标定,调节碘的浓度在 $0.1000 \text{ mol/L} \pm 0.0010 \text{ mol/L}$ 范围内。

5.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液, $c(Na_2S_2O_3) = 0.1000 \text{ mol/L}$,按GB/T 601—2002中4.6的规定配制和标定。

5.5 淀粉指示液,用可溶性淀粉指示剂,配制10 g/L的淀粉指示液,按GB/T 603—2002中4.1.4.20的规定配制。

5.6 定性滤纸,GB/T 1914,B等,中速(102)。

6 仪器和设备

6.1 分析天平,感量0.0001 g。

6.2 电热恒温干燥箱, $0^\circ\text{C} \sim 300^\circ\text{C}$ 。

6.3 干燥器,内装无水氯化钙或变色硅胶。

6.4 移液管,2 mL、10 mL、50 mL、100 mL。

6.5 具塞磨口锥形瓶,250 mL。

6.6 滴定管,50 mL。

6.7 玻璃漏斗, $\phi 70 \text{ mm} \sim \phi 90 \text{ mm}$ 。

6.8 试验筛, $\phi 200 \times 50 - 0.075/0.050$ 方孔。

7 试样的制备

对所送样品用四分法取出约10 g试样,磨细至90%以上能通过0.075 mm的试验筛,筛余试样与其混匀,然后在 $150^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中干燥2 h,置于干燥器内冷却,备用。

8 测定步骤

8.1 估算试料使用质量。试料使用质量以 m 计,数值以克(g)表示,按式(1)计算:

$$m = \frac{[c_1 V_1 - c(V_1 + V_2)]M}{E_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c_1 ——碘标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——加入碘标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——滤液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——加入盐酸溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

M ——碘摩尔质量的数值 [$M(1/2I_2) = 126.9 \text{ g/mol}$],单位为克每摩尔(g/mol);

E_0 ——估计试料碘吸附值的数值,单位为毫克每克(mg/g);

注:通常三份试料的质量用0.01 mol/L、0.02 mol/L和0.03 mol/L三个 c 值计算。

8.2 按三个 c 值计算结果,称取三份不同质量的试料,精确至0.0001 g。

8.3 将试料分别放入容量为250 mL干燥的具塞磨口锥形瓶中,用移液管移取10 mL盐酸溶液,加入到每个具塞磨口锥形瓶中,塞好玻璃塞,摇动,使试料浸润。拔去塞子,加热煮沸 $30 \text{ s} \pm 2 \text{ s}$ (以除去干扰的硫),冷却至室温。

8.4 用移液管移取 100 mL 的碘标准滴定溶液,错开时间依次加入上述锥形瓶中(以避免延迟处理时间),立即塞好玻璃塞,剧烈摇动 30 ± 1 s,迅速用滤纸分别过滤到干燥的具塞磨口锥形瓶中。

8.5 用初滤液 20 mL~30 mL 漂洗移液管。

8.6 量取每份混匀滤液 50.00 mL,置于 250 mL 锥形瓶中,用硫代硫酸钠标准滴定溶液进行滴定。当溶液呈淡黄色时,加入 2 mL 淀粉指示液,滴定至蓝色消失。

9 结果计算

9.1 滤液浓度

滤液浓度以 c 计,数值以摩尔每升(mol/L)表示,按式(2)计算:

$$c = \frac{c_2 V_3}{V} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c_2 ——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_3 ——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 ——滤液体积的数值,单位为毫升(mL)。

注:活性炭对任何吸附质的吸附能力与吸附质在溶液中的浓度有关,为了获得剩余浓度 0.02 mol/L 时的碘吸附值,滤液浓度应在 0.008 mol/L~0.040 mol/L 范围内,否则,应调整试料质量。

9.2 吸附碘量

吸附碘量以 X 计,数值以毫克(mg)表示,按式(3)计算:

$$X = \left(c_1 V_1 - \frac{V_1 + V_2}{V} c_2 V_3 \right) M \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

c_1 ——碘标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——加入的碘标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——加入盐酸溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——滤液体积的数值,单位为毫升(mL);

c_2 ——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_3 ——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 ——碘摩尔质量的数值 [$M(1/2I_2) = 126.9$ g/mol],单位为克每摩尔(g/mol)。

9.3 E 值

E 值以毫克每克(mg/g)表示,按式(4)计算:

$$E = \frac{X}{m} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

X ——吸附碘量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料使用质量的数值,单位为克(g)。

9.4 绘制吸附等温线

按三份试料的结果在双对数坐标上给出 E (纵坐标)对 c (横坐标)的直线。用最小二乘法计算三点与直线的拟合值。

$$\lg E = a \lg c + b \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

E ——碘吸附值的数值,单位为毫克每克(mg/g);

a ——拟合直线斜率的数值;

c ——滤液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

b ——拟合直线截距的数值。

10 精密度

10.1 根据吸附等温线,取剩余浓度 $c=0.02\text{ mol/L}$ 时的 E 值为碘吸附值。拟合的相关系数不小于 0.995 时,试验结果有效。

10.2 每个样品做两份试料的平行测定,结果以算术平均值表示,计算结果精确至整数位。

10.3 同实验室内碘吸附值在 $600\text{ mg/g}\sim 1\,450\text{ mg/g}$ 时,两个测定结果的差值应不大于 2%。

10.4 两个实验室间碘吸附值在 $600\text{ mg/g}\sim 1\,450\text{ mg/g}$ 时,测定结果的差值应不大于 5%。

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。
-