

前 言

木质活性炭试验方法系列标准是活性炭性能指标检测的基础,制定活性炭的质量标准,必须有相应的试验方法标准。本系列标准是对 GB/T 12496.1~12496.22—1999《木质活性炭检验方法》的修订。

本标准与原标准相比,在编排顺序和各具体试验方法上,有些做了较大的改动,有些只做了词句改动。在术语中,将“灼烧残渣”、“干燥减量”、“充填密度”分别改为:“灰分”、“水分”、“表观密度”。在内容中,将 GB/T 12496.3—1990《木质活性炭检验方法 乙酸吸附值》、GB/T 12496.4—1990《木质活性炭检验方法 乙酸锌吸附值》删去,列入到 GB/T 13803.5—1999《乙酸乙烯触媒载体活性炭》中。并增加 GB/T 12496.5—1999《木质活性炭试验方法 四氯化碳吸附率(活性)的测定》和 GB/T 12496.17—1999《木质活性炭试验方法 硫酸盐的测定》。另外,对原标准中遗漏之处做了补充。

本标准自实施之日起,代替 GB/T 12496.1~12496.22—1990。

本标准由国家林业局提出并归口。

本标准起草单位,中国林业科学研究院林产化学工业研究所。

本标准主要起草人,施荫锐。

本标准 1990 年首次发布。

中华人民共和国国家标准

木质活性炭试验方法
碘吸附值的测定

GB/T 12496.8—1999

代替 GB/T 12496.7—1990

Test methods of wooden activated carbon—
Determination of iodine number

1 范围

本标准规定了木质活性炭碘吸附值的试验方法。

本标准适用于木质活性炭。

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

3 方法提要

一定量的试样与碘液经充分振荡吸附后,经过滤、取滤液,用硫代硫酸钠溶液滴定滤液中残留的碘量。取剩余碘浓度 0.02 mol/L ($1/2\text{I}_2$) 下每克炭吸附的碘量(以毫克计)定为碘值。

4 仪器和试剂

本标准中所用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格;所列试剂,除特殊规定外,均指分析纯试剂。

- 4.1 天平,感量 0.1 mg 。
- 4.2 电热恒温干燥箱。
- 4.3 振荡器,频率 $240\sim 275 \text{ 次/min}$ 。
- 4.4 试验筛,筛孔 $71 \mu\text{m}$ 。
- 4.5 碘(GB/T 675)。
- 4.6 碘化钾(GB/T 1272)。
- 4.7 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)(GB/T 637)。
- 4.8 可溶性淀粉(HGB 3095)。
- 4.9 重铬酸钾(GB 1259),基准试剂。

5 溶液

5.1 0.1 mol/L 碘($1/2\text{I}_2$)标准溶液

取 26 g 碘化钾溶于大约 30 mL 水中,加入 13 g 碘,使碘充分溶于碘化钾溶液中,然后加水稀释至 $1\,000 \text{ mL}$,调节碘浓度在 $(0.1 \pm 0.002) \text{ mol/L}$ 范围内,充分摇匀并静置 2 天 ,经标定后,储存于棕色玻璃瓶中。

国家质量技术监督局 1999-11-10 批准

2000-04-01 实施

标定:用移液管准确量取碘液 20 mL 于 500 mL 具塞碘量瓶内,加水 200 mL。用已标定的 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液滴定,滴定时应轻轻摇动碘量瓶,当滴定至溶液呈淡黄色时,加入 2 mL 淀粉指示液,再小心一滴一滴地滴至无色,即为终点。

碘液浓度按式(1)计算:

$$c_1 = \frac{c_2 \times V_2}{V_1} = \frac{c_2 \times V_2}{20} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: c_1 ——碘(I_2)标准溶液的浓度, mol/L;

c_2 ——硫代硫酸钠($Na_2S_2O_3$)标准溶液的浓度, mol/L;

V_2 ——滴定时所消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, mL;

V_1 ——标定时取碘液量, 20 mL。

5.2 淀粉指示液

称取 1.0 g 可溶性淀粉,加 10 mL 水,在搅拌下注入 190 mL 沸水中,再微沸 2 min,放置,取上层清液使用,此溶液于使用前配制。

5.3 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液

称取 26 g 硫代硫酸钠($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$)溶于 1 000 mL 水中,缓缓煮沸 10 min,冷却,放置两周后过滤于棕色玻璃瓶中备用。

标定:称取 0.150 0 g(称准至 0.1 mg)于 120℃ 烘干至恒重的重铬酸钾(4.9),置于 250 mL 碘量瓶中,加入 25 mL 水使溶解,加 2 g 碘化钾及 20 mL “1+8”硫酸,摇匀,于暗处放置 10 min。加 100 mL 水,用 0.1 mol/L 的硫代硫酸钠标准溶液滴定,近终点时加 3 mL 淀粉指示液,继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色。同时做空白试验,见式(2):

$$c = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.049\ 03} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: c ——硫代硫酸钠的浓度, mol/L;

m ——重铬酸钾质量, g;

V_1 ——硫代硫酸钠溶液用量, mL;

V_2 ——空白试验硫代硫酸钠溶液用量, mL;

49.03——重铬酸钾($1/6K_2Cr_2O_7$)摩尔质量, g/mol。

6 操作步骤

6.1 称取经粉碎至 71 μ m 的干燥试样 0.5 g(称准至 0.4 mg),粉状炭需作补充研磨,以满足 71 μ m 以下要求,放入干燥的 100 mL 碘量瓶中,准确加入(1+9)盐酸 10.0 mL,使试样湿润,放在电炉上加热至沸,微沸(30 $\pm$ 2) s,冷却至室温后,加入 50.0 mL 的 0.1 mol/L 碘标准溶液。立即塞好瓶盖,在振荡机上振荡 15 min,迅速过滤到干燥烧杯中。

6.2 用移液管吸取 10.0 mL 滤液,放入 250 mL 碘量瓶中,加入 100 mL 水,用 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液进行滴定,在溶液呈淡黄色时,加 2 mL 淀粉指示液,继续滴定使溶液变成无色,记录下使用的硫代硫酸钠体积。

7 结果计算

$$A = \frac{5(10c_1 - 1.2c_2V_2) \times 127}{m} \cdot D \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: A ——试样的碘吸附值, mg/g;

c_1 ——碘标准溶液的浓度, mol/L;

c_2 ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度, mol/L;

V_2 ——硫代硫酸钠溶液消耗的量, mL;

m ——试样质量, g;

127——碘($\frac{1}{2}I_2$)摩尔质量, g/mol;

D ——校正系数, 根据剩余浓度 c_3 查表 1 得出。

$$c_3 = c_2 \cdot V_2 / 10 \quad \dots\dots\dots (4)$$

注: 若剩余浓度超过校正因子表, 可减少炭量或增加炭量再行试验并计算碘吸附值。

表 1 碘值试验的校正因子 D

剩余滤液 浓度 c_3	0.000 0	0.000 1	0.000 2	0.000 3	0.000 4	0.000 5	0.000 6	0.000 7	0.000 8	0.000 9
0.008 0	1.162 5	1.161 3	1.160 0	1.157 5	1.155 0	1.153 3	1.151 5	1.150 0	1.147 5	1.146 3
0.009 0	1.143 8	1.142 5	1.140 0	1.137 5	1.136 3	1.135 0	1.132 5	1.130 0	1.128 8	1.127 5
0.010 0	1.125 0	1.123 8	1.122 5	1.121 3	1.120 0	1.117 5	1.116 3	1.115 0	1.113 8	1.111 3
0.011 0	1.110 0	1.108 8	1.107 5	1.106 3	1.103 8	1.102 5	1.100 0	1.098 8	1.097 5	1.096 3
0.012 0	1.095 0	1.093 8	1.092 5	1.090 0	1.088 8	1.087 5	1.086 3	1.085 0	1.083 8	1.082 5
0.013 0	1.080 0	1.078 8	1.077 5	1.076 3	1.075 0	1.073 8	1.072 5	1.071 3	1.070 0	1.068 8
0.014 0	1.067 5	1.066 3	1.065 0	1.062 5	1.061 3	1.060 0	1.058 3	1.057 5	1.056 3	1.055 0
0.015 0	1.053 8	1.052 5	1.051 3	1.050 0	1.048 8	1.047 5	1.046 3	1.045 0	1.043 8	1.042 5
0.016 0	1.041 3	1.040 0	1.038 8	1.037 5	1.037 5	1.036 3	1.035 0	1.033 3	1.032 5	1.031 3
0.017 0	1.030 0	1.028 8	1.027 5	1.026 3	1.025 0	1.024 5	1.023 8	1.022 5	1.020 8	1.020 0
0.018 0	1.020 0	1.018 8	1.017 5	1.016 3	1.015 0	1.014 4	1.013 8	1.012 5	1.012 5	1.011 3
0.019 0	1.010 0	1.008 8	1.007 5	1.007 5	1.006 3	1.005 0	1.005 0	1.003 8	1.002 5	1.002 5
0.020 0	1.001 3	0.000 0	0.000 0	0.998 8	0.997 5	0.997 5	0.996 3	0.995 0	0.995 0	0.993 8
0.021 0	0.993 8	0.992 5	0.992 5	0.991 3	0.990 0	0.990 0	0.988 8	0.987 5	0.987 5	0.986 3
0.022 0	0.986 3	0.985 0	0.985 0	0.983 8	0.982 5	0.982 5	0.981 3	0.981 3	0.980 0	0.978 8
0.023 0	0.978 8	0.977 5	0.977 5	0.976 3	0.976 3	0.975 0	0.975 0	0.973 8	0.973 8	0.972 5
0.024 0	0.972 5	0.970 8	0.970 0	0.970 0	0.968 8	0.968 8	0.967 5	0.967 5	0.966 3	0.966 3
0.025 0	0.965 0	0.965 0	0.963 8	0.963 8	0.962 5	0.962 5	0.961 3	0.961 3	0.960 6	0.960 0
0.026 0	0.960 0	0.958 8	0.958 8	0.957 5	0.957 5	0.956 3	0.956 3	0.950 0	0.955 0	0.953 8
0.027 0	0.953 8	0.952 5	0.952 5	0.951 9	0.951 3	0.951 3	0.950 6	0.950 0	0.950 0	0.948 8
0.028 0	0.948 8	0.947 5	0.947 5	0.946 3	0.946 3	0.946 3	0.945 0	0.945 0	0.943 8	0.943 8
0.029 0	0.942 5	0.942 5	0.942 5	0.941 3	0.941 3	0.940 0	0.940 0	0.939 4	0.938 8	0.938 8
0.030 0	0.937 5	0.937 5	0.937 5	0.936 3	0.936 3	0.936 3	0.936 3	0.935 0	0.935 0	0.934 6
0.031 0	0.933 3	0.933 3	0.932 5	0.932 5	0.932 5	0.931 9	0.931 3	0.931 3	0.930 0	0.930 0
0.032 0	0.930 0	0.926 4	0.928 8	0.928 8	0.928 0	0.927 5	0.927 5	0.927 5	0.927 0	0.927 0
0.033 0	0.926 3	0.926 3	0.925 7	0.925 0	0.925 0					

8 精确度与误差

两个平行试样(同实验室内)碘值在 600~1 450 mg/g 时,不得大于 5.6%;

两个实验室间碘值在 600~1 450 mg/g 时,不得大于 10.2%。