

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 苯酚吸附值的测定

GB/T 12496.12—1999

代替 GB/T 12496.5—1990

Test methods of wooden activated carbon—
Determination of phenol adsorption

1 范围

本标准规定了采用液相苯酚吸附法测定苯酚吸附值的方法。在规定试验条件下,每克炭吸附的苯酚量(以 mg 计)称为苯酚吸附值。

本标准适用于粉状木质活性炭。

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

试样与苯酚溶液混合作用后,用滤纸过滤,测定滤液中残余苯酚的含量,计算出活性炭所吸附的苯酚量。

4 主要仪器和试剂

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 试验筛,筛孔 71 μm 。
- 4.2 电热恒温干燥箱。
- 4.3 天平,感量 0.1 mg。
- 4.4 振荡器,约 240 次/min。
- 4.5 苯酚(HG 3—1165)。
- 4.6 溴酸钾(GB/T 650)。
- 4.7 溴化钾(GB/T 649)。
- 4.8 盐酸(GB/T 622)。
- 4.9 可溶性淀粉(HGB 3095),指示剂。
- 4.10 重铬酸钾(GB 1259),基准试剂。
- 4.11 硫代硫酸钠[$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$](GB/T 637)。

5 试剂和溶液

5.1 1 g/L 苯酚溶液

国家质量技术监督局 1999-11-10 批准

2000-04-01 实施

准确称取 1.000 g 苯酚,溶于 500 mL 温水中,冷却后稀释到 1 000 mL。

5.2 溴酸钾-溴化钾溶液

称取溴酸钾 2.78 g 及溴化钾 10 g,溶于水中,稀释至 1 000 mL。

5.3 淀粉指示液

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

5.4 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液

称取 26 g 硫代硫酸钠,溶于 1 000 mL 水中,缓缓煮沸 10 min,冷却,放置二周后,过滤于棕色瓶中备用。

标定:称取 0.15 g(称准至 0.2 mg)于 120℃烘至恒重的重铬酸钾,置于 250 mL 碘量瓶中,溶于 25 mL 水,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 硫代硫酸钠溶液滴定,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(1):

$$c_1 = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.049\ 03} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: c_1 ——硫代硫酸钠的浓度, mol/L;

m ——重铬酸钾的质量, 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——1/6 重铬酸钾($K_2Cr_2O_7$)的摩尔质量, g/mol。

取 25 mL 已标定的 0.1 mol/L 硫代硫酸钠溶液,稀释成 100 mL,即为 0.025 mol/L 的硫代硫酸钠溶液。使用时配制。

5.5 100 g/L 碘化钾溶液

取 10 g 碘化钾溶于 100 mL 水中。

6 操作步骤

6.1 称取经粉碎至 71 μ m 的干燥试样 0.20 g(准确至 1 mg)放入干燥的 250 mL 磨口锥形瓶中,用移液管加入苯酚溶液(5.1)50 mL,盖上瓶塞,放振荡器上振摇 2 h,再静置 22 h,过滤。

6.2 用移液管吸取 10 mL 滤液放入 250 mL 碘量瓶中,加水 30 mL,用移液管加入溴酸钾-溴化钾(5.2)10 mL 再加“1+1”盐酸 10 mL,盖紧瓶塞,剧烈摇动 1 min 左右,当沉淀出现静置 5 min 后,加入碘化钾溶液(5.5)10 mL,用水淋洗瓶壁,盖紧瓶塞,在暗处放 3 min 后,用 0.025 mol/L 硫代硫酸钠溶液进行滴定,当溶液呈淡黄色时,加入淀粉指示剂 2 mL,继续滴至蓝色消失即为终点。

6.3 按相同条件做一空白试验。

7 结果计算

苯酚吸附值按式(2)计算:

$$A = \frac{15.68c_1(V_1 - V_2) \times 5}{m} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: A ——试样吸附苯酚值, mg/g;

c_1 ——硫代硫酸钠的浓度, mol/L;

V_1 ——空白试验硫代硫酸钠标准溶液用量, mL;

V_2 ——试样的硫代硫酸钠标准溶液用量, mL;

m ——试样质量, g;

15.68——1/6 苯酚(C_6H_5OH)的摩尔质量, g/mol。

8 精密度与偏差

两个试样平行测定结果误差不大于 2%。
