

前 言

本标准是根据美国试验与材料协会标准 ASTM D 3467—94《活性炭四氯化碳的试验方法》，对 GB 7702.13—87 进行修订的，在主要技术内容上非等效采用 ASTM D 3467—94 的标准内容。

本标准发布实施后与国家标准合订本《煤质颗粒活性炭》(GB/T 7701.1~7701.7—1997) 配套使用。

本标准从生效之日起，同时代替 GB 7702.13—87。本标准实施过渡期为一年。

本标准由中国兵器工业总公司提出。

本标准由中国兵器工业标准化研究所归口。

本标准起草单位：山西新华化工厂。

本标准主要起草人：王悦义、张旭、张重杰、王建光、张丽荣、赵继军。

本标准首次发布 1987 年 4 月。

本标准委托山西新华化工厂负责解释。

中华人民共和国国家标准

煤质颗粒活性炭试验方法
四氯化碳吸附率的测定

GB/T 7702.13—1997

代替 GB 7702.13—87

Standard test method for granular activated carbon from coal
—Determination of carbon tetrachloride adsorption

1 范围

本标准规定了煤质颗粒活性炭四氯化碳吸附率测定所需仪器和试剂、测定步骤及测定结果的处理等内容。

本标准适用于煤质颗粒活性炭(以下简称活性炭)四氯化碳吸附率的测定。

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 7702.1—1997 煤质颗粒活性炭试验方法 水分的测定

GB/T 7702.10—1997 煤质颗粒活性炭试验方法 防护时间的测定

WJ 2281—95 防护器材测试用流量计检定规程

WJ 2285—95 活性炭、浸渍炭试验用测定管检定规程

3 方法提要

在规定的试验条件下,将含有一定四氯化碳蒸气浓度的混合空气流不断地通过活性炭,当活性炭达到吸附饱和时,活性炭试样所吸附的四氯化碳的质量与试样质量之百分比作为四氯化碳吸附率。

4 试剂和材料

4.1 四氯化碳:GB/T 688—92,分析纯。

4.2 硫酸:GB 625—89,分析纯。

4.3 无水氯化钙:HGB 3208—60,化学纯。

4.4 压缩空气。

5 仪器

5.1 吸附率测定装置见图1。

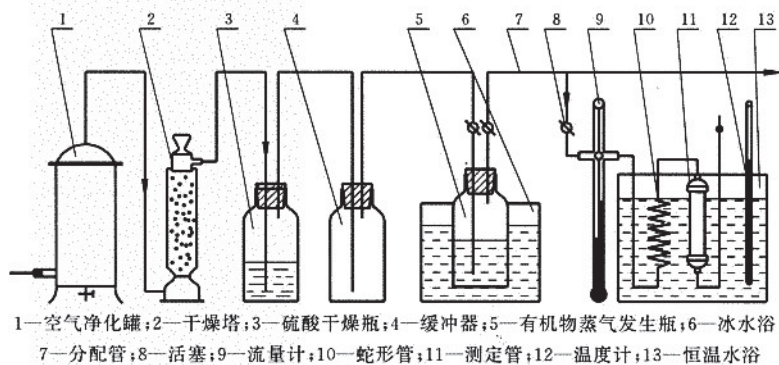


图1 吸附率测定装置及其流程示意图

流程说明：将吸附率测定装置与压缩空气开关连接，通压缩空气后，空气首先进入装有脱脂棉和活性炭的空气净化罐(1)，经装有无水氯化钙的干燥塔(2)、硫酸干燥瓶(3)、缓冲器(4)，进入有机物蒸气发生瓶(5)，后经分配管(7)、活塞(8)、流量计(9)、蛇形管(10)而进入测定管(11)。

5.2 天平：感量：0.001 g。

5.3 电热恒温干燥箱：0~300℃。

5.4 干燥器：内装无水氯化钙或变色硅胶。

5.5 振动器：牙科振动器。

5.6 秒表。

5.7 温度计：0~50℃。

6 试验条件

6.1 炭层高度： (10 ± 0.2) cm。

6.2 气流比速： (0.5 ± 0.01) L/(min·cm²)。

6.3 吸附温度： (25 ± 1) ℃[蛇形管必须使气流温度达到水浴温度即 (25 ± 1) ℃]。

6.4 测定管截面积： (3.15 ± 0.26) cm²。

6.5 四氯化碳蒸气浓度： (250 ± 10) mg/L。

7 试样及其制备

对所送样品用四分法取出试样。

8 测定准备

8.1 装置安装

将装置各部件按图1所示，安装在固定的仪器板上。根据需要可安装1~8根测定管。

8.2 气密检查

装置各部件和安装好的仪器都要进行气密检查。方法是：通入压缩空气，使仪器内产生13.3 kPa的压力，然后关闭活塞，若1 min内其气压下降不大于0.26 kPa，则为合格。否则应检查原因，对不气密部件进行修理或更换。

8.3 流量计的校正

按WJ 2281方法进行。

8.4 测定管的校正

按WJ 2285方法进行。

9 测定步骤

- 9.1 将试样置于 $(150 \pm 5)^\circ\text{C}$ 的电热恒温干燥箱内,干燥2 h,放入干燥器中冷却备用。
- 9.2 将测定管连同管盖擦净称量(m_k),精确至0.010 g。
- 9.3 用测定管按GB/T 7702.10—1997中7.2方法,将试样分二到三次装入,炭层高度 (10 ± 0.2) cm,连同管盖称量(m_y),精确至0.010 g。然后在盖口处涂凡士林,盖好并擦拭干净,称其质量(m_0),精确至0.010 g。
- 9.4 将装好并称量的测定管与仪器连通,垂直放入恒温水浴中(见图1)。
- 9.5 将四氯化碳装入发生瓶,关闭瓶上活塞后称量(m_1)(精确至0.001 g),然后与仪器连通放入冰水浴。
- 9.6 打开压缩空气和发生瓶活塞,立即掀动秒表计时,同时调好流量。空气经净化、干燥后进入四氯化碳发生瓶,将四氯化碳带出并混合,由分配管进入各测定管中。通气60 min后取下测定管,擦拭干净后称量(精确至0.010 g)。以后每隔15 min称量一次,直至吸附饱和(两次质量差不大于0.01 g)为止,最终质量为 m_i 。
- 9.7 关闭压缩空气,同时掀停秒表,关闭发生瓶活塞,卸下拭净后称量(m_2)(精确至0.001 g)。
- 9.8 重复9.1至9.7步骤,再做一份试样。

10 测定结果的处理

- 10.1 四氯化碳浓度按式(1)计算:

$$c = \frac{m_1 - m_2}{V \times t} \times 1000 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——四氯化碳蒸气浓度,mg/L;

m_1 ——发生瓶在试验前的质量,g;

m_2 ——发生瓶在试验后的质量,g;

V ——混合气流总流量,L/min;

t ——空气通入发生瓶的时间,min。

- 10.2 四氯化碳吸附率质量分数按式(2)计算:

$$A_s(\%) = \frac{m_i - m_0}{m_y - m_k} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: A_s ——四氯化碳蒸气吸附率质量分数,%;

m_i ——试验后测定管和试样的质量,g;

m_0 ——试验前测定管和试样的质量,g;

m_y ——测定管和炭样的质量,g;

m_k ——空测定管的质量,g。

- 10.3 两份试样各测定一次,允许差应小于5%,结果以算术平均值表示,精确至百分位。

11 试验报告

按GB/T 7702.1—1997第7章的规定执行。