

中华人民共和国国家标准

GB/T 12496.1~12496.22—1999

木质活性炭试验方法

Test methods of wooden activated carbon

1999-11-10 发布

2000-04-01 实施

国家质量技术监督局 发布

目 录

前言	I
GB/T 12496.1—1999 木质活性炭试验方法 表观密度的测定	1
GB/T 12496.2—1999 木质活性炭试验方法 粒度分布的测定	2
GB/T 12496.3—1999 木质活性炭试验方法 灰分含量的测定	3
GB/T 12496.4—1999 木质活性炭试验方法 水分含量的测定	4
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	6
GB/T 12496.6—1999 木质活性炭试验方法 强度的测定	9
GB/T 12496.7—1999 木质活性炭试验方法 pH值的测定	11
GB/T 12496.8—1999 木质活性炭试验方法 碘吸附值的测定	12
GB/T 12496.9—1999 木质活性炭试验方法 焦糖脱色率的测定	15
GB/T 12496.10—1999 木质活性炭试验方法 亚甲基蓝吸附值的测定	18
GB/T 12496.11—1999 木质活性炭试验方法 硫酸奎宁吸附值的测定	21
GB/T 12496.12—1999 木质活性炭试验方法 苯酚吸附值的测定	23
GB/T 12496.13—1999 木质活性炭试验方法 未炭化物的测定	26
GB/T 12496.14—1999 木质活性炭试验方法 氰化物的测定	28
GB/T 12496.15—1999 木质活性炭试验方法 硫化物的测定	30
GB/T 12496.16—1999 木质活性炭试验方法 氯化物的测定	31
GB/T 12496.17—1999 木质活性炭试验方法 硫酸盐的测定	33
GB/T 12496.18—1999 木质活性炭试验方法 酸溶物的测定	34
GB/T 12496.19—1999 木质活性炭试验方法 铁含量的测定	36
GB/T 12496.20—1999 木质活性炭试验方法 锌含量的测定	38
GB/T 12496.21—1999 木质活性炭试验方法 钙镁含量的测定	40
GB/T 12496.22—1999 木质活性炭试验方法 重金属的测定	42

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—1999。

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。

木质活性炭试验方法
表观密度的测定

GB/T 12496.1—1999

代替 GB/T 12496.18—1990

Test methods of wooden activated carbon—
Determination of apparent density

1 范围

本标准规定了颗粒活性炭表观密度测定的试验方法。
本标准适用于粒度大于 180 μm 量占 90% 以上的活性炭。

2 方法提要

以体积为 100 mL 量筒中的紧装活性炭的质量(g)表示表观密度。

3 仪器

- 3.1 量筒, 100 mL。
- 3.2 天平, 感量 0.01 g。
- 3.3 橡皮锤。

4 操作步骤

- 4.1 取试样 120 mL, 依产品粒度要求, 用最大与最小孔径筛层, 在振筛机上过筛 60 s, 除去试样中不符合产品粒度要求的炭粒。
- 4.2 将试样轻轻地装入 100 mL 量筒内, 用橡皮锤轻轻敲击量筒底部, 并再次添加试样继续敲击, 直至试样的体积正好是在 100 mL 而不再减少为止。
- 4.3 将量筒内试样倒入容器内称量。

5 结果计算

$$\rho = \frac{m(1 - m_1)}{100} \dots\dots\dots (1)$$

式中: ρ ——表观密度, g/mL;
 m ——量筒内试样质量, g;
 m_1 ——水分, %。

6 精密度和偏差

同一实验室内相对标准偏差不大于 2%。

木质活性炭试验方法
粒度分布的测定

GB/T 12496.2—1999

代替 GB/T 12496.19—1990

Test methods of wooden activated carbon—
Determination of particle size distribution

1 范围

本标准规定了颗粒活性炭粒度分布的测定方法。所试验的颗粒活性炭滞留在 180 μm 标准筛上的最少量规定为 90%。

本标准适用于木质颗粒活性炭。

2 方法提要

将已知质量的活性炭放在一组试验筛的顶部筛上,在标准条件下振动一定时间,然后测定留在每只筛上和底盘上的炭占总量的百分数。

3 仪器

3.1 试验筛,方孔试验筛。

3.2 振筛机,摇动次数约 221 次/min,振击次数约 147 次/min。

3.3 秒表。

4 操作步骤

4.1 依据产品技术要求选取一组相应的筛层,按筛孔大小顺序排列安放在振筛机上。

4.2 如试样表观密度小于或等于 0.5 g/mL,称取干燥试样(100±5) g(称准至 0.01 g),如试样表观密度大于 0.5 g/mL,量取试样(200±10) mL,称其质量(称准至 0.01 g),轻轻倒入顶部筛上,盖好筛盖,扣紧全套筛子。启动振筛机同时开动秒表,运转 10 min。

4.3 从振筛机上取下筛组,使用毛刷将留在每层筛上和底部接受盘上的活性炭如数地转到称量盘上,进行称量(称准至 0.01 g)。

5 结果计算

$$R_i = \frac{m_i}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中: R_i ——留在每层筛上的筛分百分数, %;

m_i ——对应的筛分质量, g;

m ——各层筛上筛分质量之和, g。

木质活性炭试验方法
灰分含量的测定

GB/T 12496.3—1999

代替 GB/T 12496.11—1990

Test methods of wooden activated carbon—
Determination of ash content

1 范围

本标准规定了木质活性炭灰分的测定方法。
本标准适用于木质活性炭。

2 方法提要

试样于(650±20)℃下灰化数小时,用所得灰的质量与原试样质量的百分数表示灰分含量。

3 仪器

- 3.1 高温电炉,可调至(650±20)℃。
- 3.2 30 mL 瓷坩埚。
- 3.3 分析天平,可称准至 0.1 mg。
- 3.4 干燥器。

4 操作步骤

- 4.1 将 30 mL 瓷坩埚置于高温电炉中,于(650±20)℃下灼烧至恒重(约 1 h),将坩埚置于干燥器中,冷却 30 min,称量(称准至 0.1 mg)。
- 4.2 称取经粉碎至 71 μm 的干燥试样 1 g(称准至 0.1 mg),置于 30 mL 已灼烧至恒重的瓷坩埚中。
- 4.3 将坩埚送入温度不超过 300℃的高温电炉中,打开坩埚盖,逐渐升高温度,在 650℃±20℃灰化至恒重。

5 结果计算

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

式中: X ——灰分含量,%;
 m_2 ——灰分和坩埚质量,g;
 m_1 ——坩埚质量,g;
 m ——试样质量,g。

木质活性炭试验方法
水分含量的测定

GB/T 12496.4—1999

代替 GB/T 12496.21—1990

Test methods of wooden activated carbon—
Determination of moisture content

1 范围

本标准规定了木质活性炭水分的测定方法。
本标准适用于木质活性炭。

2 方法提要

一定质量的试样,经烘干,以失去质量所占百分数作为水分含量。

3 仪器

- 3.1 电热恒温干燥箱。
- 3.2 天平,感量 0.1 mg。

4 操作步骤

4.1 适用于粒度小于 180 μm 占优势的活性炭

称取 1~2 g(称准至 0.5 mg)试样,放入预先干燥和称量过的称量瓶中,试样在称量瓶的底面厚度均匀。置于温度调节至(150±5)℃电热恒温干燥箱内,干燥至恒量(一般 3 h 足够),取出放在干燥器中,冷却到室温后称量。

4.2 适用于粒度大于 180 μm 占优势的活性炭

称取 5~10 g(称准至 2 mg)试样,放入预先干燥和称量过的称量瓶中,试样在称量瓶的底面厚度均匀。置于(150±5)℃电热恒温干燥箱中干燥至恒量(一般 3 h 足够),取出放在干燥器中,冷却到室温后称量。

5 结果计算

$$X = \frac{m - m_1}{m - m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: X——水分含量,%;
m——原始试样加称量瓶的质量,g;
m₁——干燥试样加称量瓶的质量,g;
m₂——称量瓶的质量,g。

6 精密度与偏差

见表 1。

表 1

名义水分, %	1	5	12
同实验室标准偏差	19	3	6
不同实验室标准偏差	51	13	10

木质活性炭试验方法
四氯化碳吸附率(活性)的测定

GB/T 12496.5—1999

Test methods of wooden activated carbon—
Determination of carbon tetrachloride activity

1 范围

本标准规定了木质活性炭四氯化碳吸附率(活性)的测定。
本标准适用于木质活性炭。

2 方法提要

活性炭四氯化碳吸附率(活性)的测定是在规定的条件下,使载有四氯化碳的空气流过已知质量的活性炭样品,直到炭样质量已不再增加为止,然后测定炭样的四氯化碳的质量。本试验需要的试验装置主要由供应空气压力的控制系统、去除供应空气中气态和液态的油和水的装置、使流过活性炭样品的气流载有特定浓度四氯化碳的制备系统和控制空气混合物(空气+四氯化碳)通过炭样流速的系统组成。

3 意义和应用

用本方法测得的活性实际上是对活性炭样品孔容的量度。此法是测定活性炭活化程度的手段。因此也是气相活性炭质量控制的有效方法。这种活性值不一定是试验用活性炭对其他吸附物的吸附效力或在其他操作条件下的吸附效力的量度。

4 装置

4.1 转子流量计,LZB-4。

4.2 吸附管(见图1)

4.2.1 多孔板:孔眼数20~24个,孔眼直径为0.3~0.4 mm。

4.2.2 吸附管:由工业用白色玻璃制成,外观要求无气泡及其他明显的毛病。玻璃熔接处不应有较多的熔接堆及皱折,管的磨口端应该是熔化过的。在管体刻度内的各处内径在 (20 ± 0.3) mm 范围内。

4.2.3 磨口塞:不允许漏气,致密性好。

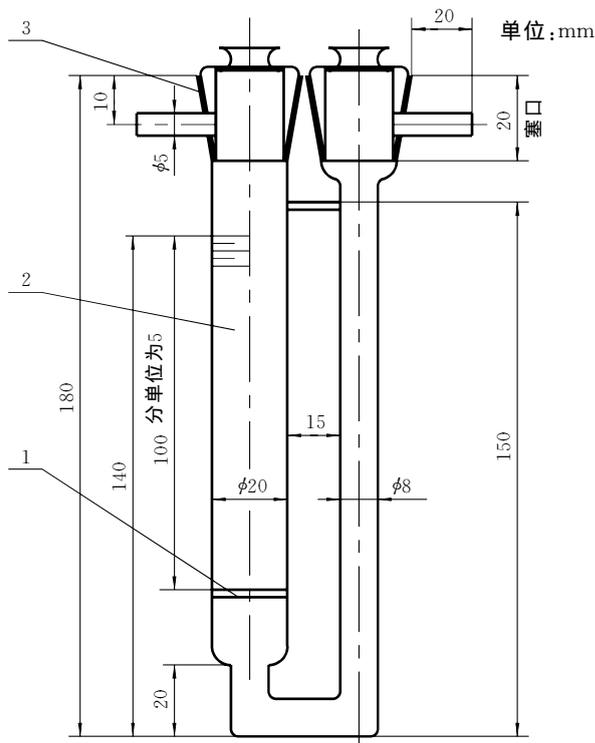
4.3 四氯化碳蒸气发生瓶(见图2)。

4.4 压力表:型号Y-60Z M10×1,精度0.25级,量程0~0.16 MPa。

4.5 气体干燥塔:250 mL。

4.6 多孔式气体洗瓶:250 mL。

4.7 恒温水浴锅。



1—多孔板；2—吸附管；3—磨口塞

图 1 吸附管

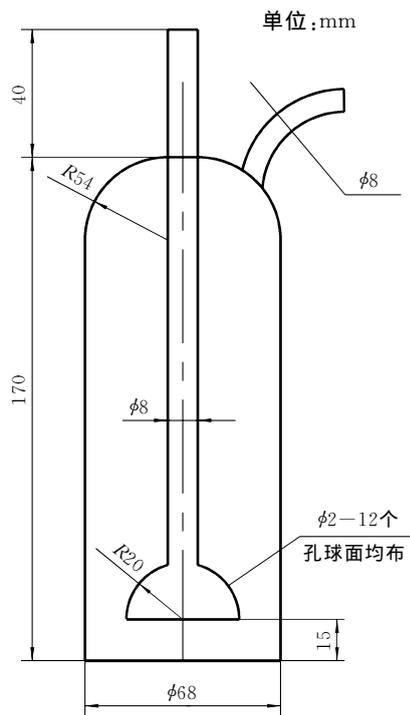
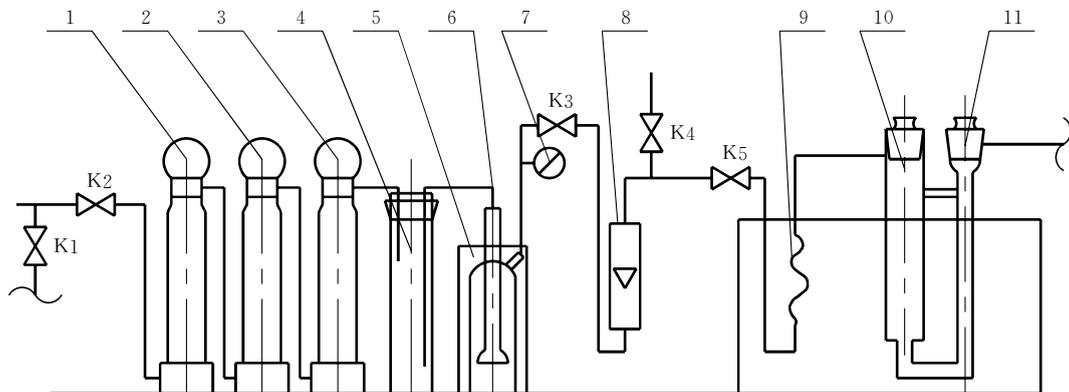


图 2 四氯化碳蒸气发生瓶

5 安装

5.1 将仪器各部件按图 3 所示安装好，根据需要安装吸附管的根数，但要确保流量分配均匀。



1—活性炭空气净化瓶；2—硅胶干燥瓶；3—分子筛净化瓶；4—缓冲瓶；
5—水浴；6—四氯化碳蒸气发生瓶；7—压力计；8—转子流量计；
9—蛇形管；10—吸附管；11—恒温水浴器

图 3 仪器安装流程图

5.2 流程说明

将仪器与压缩空气开关连接，开压缩空气后，空气首先进入装有活性炭的空气净化瓶，经装有硅胶的干燥瓶、装有分子筛的净化瓶进入缓冲瓶，再入四氯化碳蒸气发生瓶，后经转子流量计、蛇形管（用 1 m 以上的玻璃管绕制）而进入吸附管。

5.3 气密检查

仪器各部件和安装好的仪器在使用前都要进行气密性检查。步骤是：a) 关闭旋塞 K3；b) 通入压缩空气，使系统内产生 60 kPa 的压力；c) 关闭活塞 K2，1 min 内气压下降不大于 2.6 kPa 为合格。如不合

格应检查原因,对不气密的部件进行修理或更换。

6 试验条件

- 6.1 炭层高度:(10 ± 0.2) cm。
 6.2 气体流量:($1\ 670 \pm 70$) mL/min。
 6.3 吸附温度:(25 ± 1) °C。
 6.4 四氯化碳蒸气:(250 ± 10) mg/L。

7 试验程序

7.1 试样准备

将试样在 $105 \sim 110$ °C 烘至恒重,置于干燥器中备用。将吸附管擦净后称量为 m_1 (连同管塞,精确至 1 mg)。把准备好的试样分二至三次装入吸附管中,炭层高 (10 ± 0.2) cm (振实后的高度)。装填后,连同管塞称量(精确至 1 mg),然后将管塞涂上凡士林旋好,再称量为 m_2 (精确至 1 mg)。称量完毕,将吸附管垂直插入恒温水浴中。

7.2 四氯化碳蒸气发生瓶准备

将四氯化碳从进口管加入到四氯化碳蒸气发生瓶中,在瓶中四氯化碳高度约 8 cm。将四氯化碳蒸气发生瓶与系统连通,垂直放入冰水浴 ($0 \sim 1$ °C) 中。

7.3 流程操作

一切准备就绪后,打开旋塞 K1、K2、K3、K4,关闭 K5,接通压缩空气,使洁净干燥的空气通过四氯化碳蒸气发生瓶,调节 K1,直至总气流稳定在 ($1\ 670 \pm 70$) mL/min。在参数稳定后,打开 K5,关闭 K4,使载四氯化碳的空气通过吸附管,同时掀动秒表计时,保证气流在 ($1\ 670 \pm 70$) mL/min 的流量下通过试样 1 h。然后打开 K4,关闭 K5。取出吸附管擦净后称量为 m_3 (精确至 1 mg)。将吸附管再放入装置中,打开 K5,关闭 K4,使气流再通过试样 10 min,重复上述操作,直至吸附饱和(两次称量的质量差不大于 10 mg) 为止。然后关闭压缩空气,试验结束。

8 结果的说明

8.1 颗粒活性炭对四氯化碳蒸气的吸附率(活性)见式(1):

$$A = \frac{m_3 - m_2}{m_2 - m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: A ——四氯化碳吸附率(活性), %;

m_1 ——吸附管的质量, g;

m_2 ——吸附前吸附管加炭的质量, g;

m_3 ——吸附后吸附管加炭及四氯化碳的质量, g。

8.2 四氯化碳蒸气浓度见式(2):

$$C = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^6}{Q \times t} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: C ——四氯化碳蒸气浓度, mg/L;

m_1 ——吸附管吸附后的质量, g;

m_2 ——吸附管吸附前的质量, g;

Q ——吸附时的气体流量, mL/min;

t ——吸附时间, min。

9 精密度与偏差

两个平行试样测定结果相对标准偏差不得大于 5%。

木质活性炭试验方法
强度的测定

GB/T 12496.6—1999

代替 GB/T 12496.22—1990

Test methods of wooden activated carbon—
Determination of abrasion resistance

1 范围

本标准规定了木质活性炭强度测定方法。

本标准适用于大多数颗粒活性炭,不适用于乙酸乙烯合成触媒载体活性炭。

2 方法提要

试样在仪器中,经受一定的机械磨损,试样的骨架和表层都同时受到破坏,经过筛选,求出保留颗粒部分的百分数,作为试样强度。

3 仪器和设备

3.1 试验筛,取该品种活性炭规定中最小一层筛号。

3.2 振筛机:摇动次数约 221 次/min,振击次数约 147 次/min。

3.3 秒表。

3.4 强度测定仪:

a) 钢筒转速 (50 ± 2) r/min。

b) 钢球直径 (14.3 ± 0.2) mm,10 个。

c) 1 号钢筒:内径 80 mm,有效长度 120 mm,壁厚 3 mm。钢筒内壁表面^{6.3}▽。

d) 2 号钢筒:内径 80 mm,有效长度 120 mm,壁厚 3 mm。钢筒内壁表面^{6.3}▽,在内部的 180°对称位置有两条纵向的筋,筋高 10 mm,宽度 4 mm,长度 120 mm。

3.5 天平:感量 0.1 g。

4 操作步骤

4.1 柱状炭操作步骤

4.1.1 取 100 g 试样,置于该品种粒度规定中最小一层筛号的标准筛中,在振筛机上筛分 5 min,取筛上试样在 (140 ± 10) °C 恒温干燥箱中干燥至恒重。

4.1.2 用量筒量取 50 mL 干燥试样,并称量,装入 2 号钢筒内,放入 5 粒钢球,盖紧盖子开动强度试验机,同时记时,运转 (5 ± 0.08) min。

4.1.3 取下钢筒,打开筒盖,倒出钢球,将试样移至原标准筛网上,于振筛机上筛分 5 min。

4.1.4 收集保留在筛层上的试样,称其质量。

4.2 不定形颗粒炭操作步骤

- 4.2.1 取 100 g 试样,置于该品种粒度规定中最小一层筛号的标准筛中,在振筛机上筛分 5 min,取筛上试样在(140±10)℃恒温干燥箱中干燥至恒重。
- 4.2.2 用量筒量取 50 mL 干燥试样,并称量,装入 1 号钢筒内,放入 10 粒钢球,盖紧盖子,开动强度试验机,同时记时,运转(5±0.08) min。
- 4.2.3 取下钢筒。
- 4.2.4 打开筒盖,倒出钢球,将试样移至原标准筛网上,于振筛机上筛分 5 min。
- 4.2.5 收集保留在筛层上的试样,称其质量。

5 结果计算

$$A = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: A ——强度,%;

m_1 ——球磨后,标准筛上剩余试样质量,g;

m ——试样质量,g。

6 精密度与偏差

两次平行测定结果偏差值不大于 3%。

木质活性炭试验方法
pH 值的测定

GB/T 12496.7—1999

代替 GB/T 12496.20—1990

Test methods of wooden activated carbon—
Determination of pH

1 范围

本标准规定了木质活性炭 pH 值试验方法。
本标准适用于木质活性炭水提取液的测定。

2 方法提要

试样在不含二氧化碳的水中煮沸,过滤,冷却后测定滤液的 pH 值。

3 仪器和溶液

3.1 酸度计,精度 0.1 pH。

3.2 扭力天平。

3.3 不含二氧化碳的水,将三级水煮沸 3~5 min。

4 操作步骤

称取未干燥的试样 2.50 g(称准至 0.01 g),置于 100 mL 的锥形瓶中,加入不含二氧化碳的水 50 mL,加热,缓和煮沸 5 min,补添蒸发的水,过滤,弃去初滤液 5 mL。余液冷却到室温后用 pH 计测定 pH 值。

5 精密度与偏差

两个平行试样测定结果偏差不得大于 0.1 pH。

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 ($1/2I_2$) 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($1/2I_2$)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 1000 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。

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:

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

式中: c_1 ——碘($1/2I_2$)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,再煮沸 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°C 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):

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

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 ± 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

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

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。

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

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%。

木质活性炭试验方法
焦糖脱色率的测定

GB/T 12496.9—1999

代替 GB/T 12496.1—1990

Test methods of wooden activated carbon—
Determination of decolorization of caramel

1 范围

本标准规定了木质活性炭对焦糖色素脱色率的试验方法。
本标准适用于各类脱色用活性炭焦糖脱色率的测定。

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 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9721—1988 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)

3 方法提要

试样与焦糖混合吸附后过滤,用分光光度计测定其滤液的吸光度。

4 主要仪器

- 4.1 1 000 mL 三口烧瓶。
- 4.2 电动搅拌器(可变速)。
- 4.3 玻璃温度计(刻度 0~200 C)。
- 4.4 调温电热炉(或电热套,1 000 mL)。
- 4.5 甘油浴。
- 4.6 分光光度计(GB/T 9721)。
- 4.7 中速定性滤纸。

5 主要试剂

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

- 5.1 葡萄糖[C₆H₁₂O₆·H₂O](HG 3—1094)。
- 5.2 无水碳酸钠(GB/T 639)。
- 5.3 氯化铵(GB/T 658)。
- 5.4 重铬酸钾(GB 1259),基准试剂。

6 焦糖液的制备与鉴定

6.1 A 法焦糖

6.1.1 A 法焦糖原液的制备

称取葡萄糖 300 g,置于 1 000 mL 三口烧瓶中,加水 200 mL,装上电动搅拌器和温度计,另一口敞开。将烧瓶置于甘油浴中(可事先将甘油加热),使烧瓶内糖液的液面与甘油浴液面相水平,待糖全部溶解后,开动搅拌器,并升高油浴温度使保持在 $(145\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 。当糖液开始沸腾时,渐次加入无水碳酸钠 5 g,不断搅拌,在 25~30 min 内,糖液温度应达到 $(110\pm 1)^{\circ}\text{C}$ (或直接将烧瓶置于电热套内如上操作)。渐次加入氯化铵 5 g,并升高油浴温度至 155°C 左右,在 25~30 min 内糖液温度应达到 $(125\pm 0.5)^{\circ}\text{C}$ [或升高电热套温度使糖液温度达到 $(125\pm 0.5)^{\circ}\text{C}$],并在此温度上保持 35 min。如果糖液超过规定温度,可滴加少许冷水。保温完毕后,缓缓加入碳酸钠溶液(5 g 无水碳酸钠溶于 50 mL 水),并不断搅拌至泡沫消失,倾出。经鉴定合格后保存在具磨口塞的瓶子中,置于冷暗处,使用期一个月,若置于冰箱中,使用期为一年。

注:糖液制备温度 A 糖为 $(125\pm 0.5)^{\circ}\text{C}$,B 糖为 $(118\pm 0.5)^{\circ}\text{C}$ 系标准状态下温度,如海拔高度变化应适当对保温时间进行调整。

6.1.2 A 法焦糖原液的鉴定

称取焦糖原液 0.833 g,加水 500 mL 溶解,搅拌均匀后用分光光度计在波长 426 nm,光径长度 1 cm 的比色皿中测定其吸光度,与重铬酸钾色度标准液 I 在同样条件下的吸光度相比较,相差不能大于 ± 0.03 。若吸光度超过上述规定,可以添加水少许或蒸发少许水,使达到规定吸光度。

6.2 B 法焦糖

6.2.1 B 法焦糖原液的制备

称取葡萄糖 300 g,置于 1 000 mL 三口烧瓶中,加水 200 mL,装上电动搅拌器和温度计,另一口敞开。将烧瓶置于甘油浴中(可事先将甘油加热),使烧瓶中糖液的液面与甘油浴液面相水平,待糖全部溶解后,开动搅拌器,并升高油浴温度使保持在 $(145\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 。当糖液开始沸腾时,渐次加入无水碳酸钠 5 g,不断搅拌,在 25~30 min 内,糖液温度应达到 $(110\pm 1)^{\circ}\text{C}$ (或直接将烧瓶置于电热套内)。渐次加入氯化铵 5 g,在 25~30 min 内糖液温度应达到 $(118\pm 0.5)^{\circ}\text{C}$ (升温过快可滴加少量冷水),在此温度上保持 30 min(保温期间应适当降低油浴温度)。如果糖液超过规定温度,可滴加少许冷水。保温完毕后,缓缓加入碳酸钠溶液(5 g 无水碳酸钠溶于 50 mL 水),并不断搅拌至泡沫消失,倾出,经鉴定合格后保存在具磨口塞的瓶子中,放于冷暗处,使用期一个月,若置于冰箱中,使用期为一年。

6.2.2 B 法焦糖原液的鉴定

称取 B 法焦糖原液 1.00 g(称准至 0.01 g),加水 500 mL 溶解,搅拌均匀后,用分光光度计在波长 426 nm,光径长度 1 cm 的比色皿中测定吸光度,与重铬酸钾色度标准液 II 在同样条件下的吸光度相比较,相差不能大于 ± 0.03 。若吸光度超过上述规定,可将焦糖原液添加少许水或蒸发少许水,使之达到规定的吸光度。

6.3 重铬酸钾色度标准液

6.3.1 重铬酸钾色度标准液 I

将重铬酸钾在乳钵中研细,置于调节至 $(115\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 的电热干燥箱中干燥至恒重,称取 0.420 g,加水溶解后移入 1 000 mL 的容量瓶,稀释至标线,摇匀。

6.3.2 重铬酸钾色度标准液 II

将重铬酸钾在乳钵中研细,置于调节至 $(115\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 的电热干燥箱中干燥至恒重,称取 0.325 g,加水溶解后移入 1 000 mL 的容量瓶,稀释至标线,摇匀。

6.4 焦糖试验液的配制

6.4.1 焦糖试验液的配制

称取经鉴定合格的焦糖原液 A 法或 B 法 17.00 g(称准至 0.01 g),加水溶解后移入 500 mL 容量瓶中,稀释至标线,摇匀。配置后在当日使用完毕,或置于冰箱中,使用期 3 个月。(试验液配置可按比例减少或增加)。

7 操作步骤

7.1 A 法焦糖脱色:称取经粉碎至 71 μm 的干燥试样 0.400 g(称准至 1 mg),置于 100 mL 锥形烧瓶中,用移液管加入焦糖试验液 25 mL,稍加摇动以使试样润湿。置于沸水浴中加热 30 min(每隔 5 min 将烧瓶振摇一次),取出稍冷后即用直径 12.5 cm 的中速定性滤纸过滤,弃去初滤液 5 mL,余液移入 1 cm 光径比色皿,用分光光度计在波长 426 nm 下测定吸光度。

7.2 B 法焦糖脱色:称取经粉碎至 71 μm 的干燥试样 0.350 g(称准至 1 mg),以下按 7.1“置于 100 mL 锥形烧瓶中,……测定吸光度”操作。

8 焦糖脱色率结果表述

8.1 重铬酸钾品位标准液(60 mg/L)

称取 60 mg 重铬酸钾溶于水中,稀释至 1 000 mL,用分光光度计在波长 426 nm 测定其吸光度。

8.2 脱色操作后,滤液吸光度等于 60 mg/L 重铬酸钾标准液吸光度,则视该活性炭脱色率为 100%。

8.3 若滤液吸光度大于或小于重铬酸钾溶液品位标准液(8.1)的吸光度,则需增加炭量或减少炭量,使滤液吸光度相当于(8.1)的吸光度,偏差在 ± 0.01 。

脱色率表述为:

$$y_A = \left(1 - \frac{X_A - 0.4}{0.4} \right) \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$y_B = \left(1 - \frac{X_B - 0.35}{0.35} \right) \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: y_A ——A 法焦糖脱色率, %;

y_B ——B 法焦糖脱色率, %;

X_A ——A 法焦糖试验所需炭的质量, g;

X_B ——B 法焦糖试验所需炭的质量, g。

注: X_A (或 X_B)若大于 0.8(或 0.7),其物理意义即为该炭并不适合作糖液脱色炭。

木质活性炭试验方法
亚甲基蓝吸附值的测定

GB/T 12496.10—1999

代替 GB/T 12496.2—1990

Test methods of wooden activated carbon—
Determination of methylene blue adsorption

1 范围

本标准规定了木质活性炭亚甲基蓝吸附值的试验方法。
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

GB/T 9721—1988 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)

3 方法提要

试样与一定量(以毫升为单位)的亚甲基蓝溶液混合作用后过滤。滤液用分光光度计测定其吸光度,该吸光度低于规定浓度下的标准溶液的吸光度,则所需亚甲基蓝毫升数为活性炭试样的亚甲基蓝吸附值。

4 主要仪器

4.1 电动振荡器(往复式),频率约 275 次/min。

4.2 分光光度计(GB/T 9721)。

5 试剂和溶液

本标准所用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,所列试剂除规定外,均指分析纯试剂。

5.1 亚甲基蓝,指示剂。

5.2 磷酸氢二钠[$\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$](GB/T 1263)。

5.3 磷酸二氢钾(GB/T 1274)。

5.4 缓冲溶液:称取 3.6 g 磷酸二氢钾,14.3 g 磷酸氢二钠溶于 1 000 mL 水中,此缓冲溶液 pH 值约为 7。

5.5 亚甲基蓝试验液(1.5 g/L)

5.5.1 配制

由于亚甲基蓝在干燥过程中性质发生变化,应在未干燥情况下使用,故需在 $(105 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 下干燥 4 h 后,测定其水分。

亚甲基蓝未干燥品的取用量按式(1)计算:

$$m_1 = \frac{m}{P(1-E)} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 ——未干燥的亚甲基蓝的质量, g;

E ——水分, %;

m ——干燥品需要量, g;

P ——亚甲基蓝的纯度, %。

按式(1)计算与 1.5 g 亚甲基蓝干燥品相当的未干燥品的量, 将称取的亚甲基蓝(称准到 1 mg)溶于温度为 (60 ± 10) °C 的缓冲溶液中, 待全部溶解后, 冷却到室温过滤于 1 000 mL 容量瓶内, 分次用缓冲溶液洗涤滤渣, 再用缓冲溶液稀释至标线。

6 操作步骤

称取经粉碎至 $71 \mu\text{m}$ 的干燥试样 0.100 g(称准至 1 mg), 置于 100 mL 具磨口塞的锥形烧瓶中, 用滴定管加入适量的亚甲基蓝试验液, 待试样全部湿润后, 立即置于电动振荡机上振荡 20 min, 环境温度 (25 ± 5) °C, 用直径 12.5 cm 的中速定性过滤纸进行过滤。将滤液置于光径为 1 cm 的比色皿中, 用分光光度计在波长 665 nm 下测定吸光度, 与硫酸铜标准滤色液[称取 4.000 g 结晶硫酸铜($\text{Cu}_2\text{SO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶于 1 000 mL 水中]的吸光度相对照, 所耗用的亚甲基蓝试验液的毫升数即为试样的亚甲基蓝吸附值。

7 结果表述

7.1 亚甲基蓝吸附值可直接以 mL/0.1 g 为单位表示。

7.2 亚甲基蓝吸附值也可以 mg/g 为单位表示。

$$A = B \times 15 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: A ——亚甲基蓝吸附值, mg/g;

B ——亚甲基蓝吸附值, mL/0.1 g。

8 亚甲基蓝试验液的标定

亚甲基蓝试验液配置中所用亚甲基蓝指示剂含量在 98.5% 以上, 严格按照 5.5.1 配制, 可直接应用于脱色试验操作, 也可用下述方法之一进行标定。

8.1 碘量法

准确吸取亚甲基蓝试验液 50.00 mL 于 250 mL 棕色容量瓶中, 加入 36% 乙酸 25 mL, 摇匀, 准确加入 0.1 mol/L 碘标准溶液 30 mL, 立即大力振摇片刻, 将瓶置于黑暗处 1 h, 其间每隔 10 min 振摇 1 次, 用水稀释至标线, 摇匀, 立即用滤纸过滤, 弃去最初溶液 20 mL, 其后滤液收集于干燥三角烧瓶中。

准确吸取上述滤液 100 mL, 用 0.1 mol/L 硫代硫酸钠溶液滴定到浅黄色, 以淀粉液作指示剂继续滴定到无色为终点。

另取 50 mL 缓冲液置于 250 mL 容量瓶中, 同时作一空白试验。亚甲基蓝溶液浓度按式(3)计算:

$$\text{亚甲基蓝溶液浓度(g/L)} = c(V_1 - V) \times 3.196 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: c ——硫代硫酸钠的浓度, mol/L;

V_1 ——空白试验所消耗硫代硫酸钠溶液的体积, mL;

V ——试样所耗硫代硫酸钠溶液的体积, mL;

319.6——亚甲基蓝($\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{ClN}_3\text{S}$)的摩尔质量, g/mol。

8.2 重铬酸钾法

准确吸取亚甲基蓝试验溶液 50.00 mL 置于容量为 400 mL 烧杯中, 准确加入 $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.100$ mol/L 重铬酸钾标准溶液 25.00 mL, 放入水浴中加热至 (75 ± 2) °C, 并在 (75 ± 2) °C 不断搅拌, 保

持 30 min 后流水冷却,经滤纸过滤,并用水洗涤,将滤液收在 300 mL 锥形瓶中,加(1+8)硫酸溶液 25.00 mL 和碘化钾 2 g,摇匀,然后用硫代硫酸钠溶液滴定,至溶液呈淡黄色时加入淀粉指示液数滴,滴定至蓝色消失呈亮绿色为终点。按相同条件用 50.00 mL 缓冲溶液做一空白试验。则亚甲基蓝溶液浓度 $\rho(\text{g/L})$ 按式(4)计算:

$$\rho(\text{g/L}) = c(V_2 - V_1) \times 106.6/50 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: V_2 ——空白滴定所消耗硫代硫酸钠标准溶液之体积, mL;

V_1 ——滴定亚甲基蓝所消耗硫代硫酸钠标准溶液之体积, mL;

c ——硫代硫酸钠溶液的浓度, mol/L;

106.6——1/3 亚甲基蓝($\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{ClN}_3\text{S}$)的摩尔质量, g/mol。

8.3 分光光度法

准确吸取 10.00 mL 亚甲基蓝溶液于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。再从此稀释液中准确吸取 20 mL 入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,立即用分光光度计(按 GB/T 9721,分子吸收分光光度法通则或仪器说明书进行校正)在波长 665 nm,光径为 1 cm 下测定吸光度,其吸光度应与硫酸铜对照液的吸光度偏差在 ± 0.01 [取硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)2.40 g,加水溶解后移入 100 mL 容量瓶,稀释至标线]。

木质活性炭试验方法
硫酸奎宁吸附值的测定

GB/T 12496.11—1999

代替 GB/T 12496.6—1990

Test methods of wooden activated carbon—
Determination of quinine sulphate adsorption

1 范围

本标准规定了木质活性炭硫酸奎宁吸附值测定的试验方法。
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

在一定条件下,试样与硫酸奎宁溶液作用,用比浊法确定吸附值。

4 试剂和溶液

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 硫酸奎宁 $[(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2H_2SO_4 \cdot 2H_2O]$ 。

4.2 盐酸(GB/T 622)。

4.3 氯化汞(HG 3—1068)。

4.4 碘化钾(GB/T 1272)。

4.5 硫酸奎宁试验液

称取硫酸奎宁 1.20 g(称准至 1 mg),置于 1 000 mL 烧杯中,加水约 500 mL,加热至全部溶解后,稍冷,将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,用热水洗净原烧杯,洗涤水全部移入容量瓶中,待冷却至室温后,用水稀释至标线,摇匀。

4.6 碘化汞钾溶液

称取氯化汞 1.36 g,加水 60 mL 溶解,另取碘化钾 5 g,加水 10 mL 溶解。将上述两溶液合并,加水稀释至 100 mL。

5 仪器

一般实验室仪器。

6 操作步骤

称取干燥试样 1.000 g(称准至 1 mg),置于 250 mL 具磨口塞的锥形瓶中,用移液管加入硫酸奎宁试验液(4.5)100 mL,将瓶塞盖严,强力振摇 5 min,即用直径 12.5 cm 的中速定性滤纸进行过滤,取滤液 10 mL 于比色管中,加盐酸 1 滴,碘化汞钾试液(4.6)5 滴,溶液不发生浑浊,即为活性炭对硫酸奎宁吸附值大于 120 mg/g,反之则小于 120 mg/g。

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

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 $71\ \mu\text{m}$ 。
- 4.2 电热恒温干燥箱。
- 4.3 天平,感量 $0.1\ \text{mg}$ 。
- 4.4 振荡器,约 $240\ \text{次}/\text{min}$ 。
- 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 $1\ \text{g}/\text{L}$ 苯酚溶液

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,再煮沸 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%。

木质活性炭试验方法
未炭化物的测定

GB/T 12496.13—1999

代替 GB/T 12496.17—1990

Test methods of wooden activated carbon—
Determination of uncarbonized substances

1 范围

本标准规定了木质活性炭未炭化物的测定方法。
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

GB/T 9721—1988 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)

3 方法提要

试样加碱溶液加热煮沸后,过滤。用分光光度计测定滤液的吸光度,用重铬酸钾溶液、氯化钴溶液配置的对照液相对照。

4 主要仪器

分光光度计(GB/T 9721)。

5 试剂和溶液

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。

5.1 重铬酸钾(GB/T 642)。

5.2 氯化钴 $[\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ (GB/T 1270)。

5.3 盐酸(GB/T 622)。

5.4 氢氧化钠(GB/T 629),40 g/L 溶液。

5.5 重铬酸钾溶液

将重铬酸钾溶液研成粉末,在 $(125 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下烘干至恒重,称取 0.400 0(称准至 0.2 mg)溶于水,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至标线,摇匀。

5.6 氯化钴溶液

称取氯化钴 28.75 g,溶于少量“1+40”盐酸溶液中,移入 500 mL 容量瓶中,用“1+40”盐酸溶液稀释至标线,摇匀。

5.7 对照液的配制

吸取重铬酸钾溶液(5.5)2 mL,氯化钴溶液(5.6)3 mL,置于100 mL容量瓶中,稀释至标线,摇匀。

6 操作步骤

称取经粉碎至 $71\ \mu\text{m}$ 的干燥试样1.00 g(准确至10 mg),加40 g/L氢氧化钠溶液(5.4)40 mL,轻轻转动,使试样完全浸湿,加热至沸,用事先经氢氧化钠溶液洗涤过的滤纸过滤,滤液冷却到室温,用分光光度计在波长370 nm测定吸光度,与对照液在相同条件下的吸光度比较。

7 结果表述

若试样与对照液相比,吸光度小于对照液则为合格,否则为不合格。

木质活性炭试验方法
氰化物的测定

GB/T 12496.14—1999

代替 GB/T 12496.16—1990

Test methods of wooden activated carbon—
Determination of cyanide

1 范围

本标准规定了木质活性炭中氰化物的试验方法。
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

活性炭内氰化物在酸性条件下(酒石酸溶液中)生成氰化氢,氰氢酸在碱性条件下,与硫酸亚铁生成低铁氰化钠,进一步与三氯化铁作用,产生普鲁士蓝化合物,据此检验样品中氰化物的存在。

试样在酒石酸溶液中受热,蒸馏。馏出液与硫酸亚铁作用,测定氰化物是否存在。

4 试剂和溶液

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 酒石酸(GB/T 1294)。
- 4.2 氢氧化钠(GB/T 629),10 g/L 溶液。
- 4.3 盐酸(GB/T 622)，“1+1”溶液。
- 4.4 硫酸亚铁(GB/T 664),50 g/L 溶液。
- 4.5 三氯化铁溶液(HG 3—1085),100 g/L 溶液。

5 操作步骤

称取经粉碎到小于或等于 71 μm 的干燥试样 5.00 g(准确至 10 mg),置于带有支管的圆底蒸馏烧瓶中,加水 50 mL,酒石酸 2 g,轻轻转动,使试样完全浸湿和酒石酸溶解后,把烧瓶加热蒸馏。馏出液用橡皮管导入加有 12 mL 氢氧化钠溶液(4.2)的量筒中,当馏出液达 25 mL 时,停止蒸馏并立即拉出橡胶导管,馏出液稀释至 50 mL,摇匀。吸取 25 mL 溶液入烧杯中,加硫酸亚铁(4.4)溶液 1 mL,加热到近沸后,冷却,加“1+1”盐酸溶液 1 mL、三氯化铁溶液(4.5)2 滴后观察溶液是否出现普鲁士蓝化合物。

6 结果表述

若无普鲁士蓝出现,示为活性炭中氰化物合格。

木质活性炭试验方法
硫化物的测定

GB/T 12496.15—1999

代替 GB/T 12496.15—1990

Test methods of wooden activated carbon—
Determination of sulphide

1 范围

本标准规定了木质活性炭中硫化物的试验方法。
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

试样加盐酸溶液煮沸后,所产生的蒸气遇乙酸铅试纸不得呈黑色。

4 试剂和溶液

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 盐酸(GB/T 622)，“1+4”溶液。

4.2 乙酸铅 $[(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Pb} \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ (HG3—974)。

4.3 冰乙酸(GB/T 676)。

4.4 乙酸铅试纸

称取乙酸铅 10 g,加新煮沸过的水溶解,滴加乙酸使溶液澄清,冷却后,以新煮沸的冷水稀释成 100 mL。将滤纸条浸入此液,片刻取出,在 100 C 烘干。

5 操作步骤

称取经粉碎至小于或等于 $71 \mu\text{m}$ 的干燥试样 0.50 g(称准至 10 mg),置于 100 mL 锥形烧瓶中,加入“1+4”盐酸 25 mL,轻轻转动,使试样完全浸湿,加热煮沸,所产生的蒸气用乙酸铅试纸鉴定。

6 结果表述

若试纸未出现黑色,示为该活性炭中硫化物合格。

木质活性炭试验方法
氯化物的测定

GB/T 12496.16—1999

代替 GB/T 12496.9—1990

Test methods of wooden activated carbon—
Determination of chloride content

1 范围

本标准规定了用目视比色法测定木质活性炭内氯化物的方法。
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

用水萃取试样中的氯化物,在硝酸介质中,氯离子与银离子生成难溶的氯化银。当氯含量较低时,在一定时间内,氯化银呈悬浮体,使溶液混浊。用比浊法测定氯离子的含量。

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 硝酸(GB/T 626),“1+2”溶液。

4.2 硝酸银(GB/T 670),2 g/100 mL 溶液。

4.3 氯化钠,优级纯。

4.4 氯标准溶液(1 mL 含 0.1 mg 氯)

称取已在 500~600 C 灼烧至恒量的氯化钠 0.165 g,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至标线,摇匀。

5 仪器

高温电炉,可调至 500~650 C。

6 操作步骤

称取未干试样 1.00 g(称准至 10 mg),置于 100 mL 锥形瓶中,加水 50 mL,缓和煮沸 5 min,稍冷过滤于 100 mL 容量瓶中,用热水分次洗涤滤渣,滤液与洗液合并,冷却到室温后,稀释至标线,摇匀。

用移液管吸取此溶液 10 mL,置于 50 mL 具塞比色管中。

加水 30 mL,加“1+2”硝酸溶液 5 mL,加入硝酸银溶液(4.2)1 mL,稀释至标线摇匀,在暗处放置

5 min后,把它与标准溶液相对照。

标准溶液是吸取氯标准溶液若干毫升,与试验溶液同时同样处理。

7 结果计算

$$X = \frac{V}{m \times 10(1 - w)} \dots\dots\dots(1)$$

式中: X ——氯化物含量, %;

V ——所取氯标准溶液量, mL;

w ——试样水分含量, %;

m ——试样质量, g。

木质活性炭试验方法
硫酸盐的测定

GB/T 12496.17—1999

Test methods of wooden activated carbon—
Determination of sulphate

1 范围

本标准规定了木质活性炭内硫酸盐的测定方法。
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

试样以热水萃取,萃取液加氯化钡溶液,使呈混浊,以标准量硫酸对照作为活性炭硫酸盐含量的标准。

4 试剂和溶液

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 盐酸(GB/T 622),“1+9”盐酸溶液。

4.2 氯化钡(GB/T 652),120 g/L 溶液。

4.3 硫酸盐标准溶液[0.1 mg(SO₄²⁺)/mL]

称取干燥至恒量的硫酸钾 0.1810 g 置于 1 000 mL 容量瓶中,加水溶解,稀释至标线,摇匀,此溶液浓度为 0.1 mg(SO₄²⁺)/mL。

5 操作步骤

称取干燥试样 1.000 g(准确至 1 mg)于 100 mL 三角烧瓶中,加水 25 mL 加热煮沸 5 min,过滤于 100 mL 容量瓶中,分次用热水洗涤滤渣,滤洗液均合并并在 100 mL 容量瓶内,稀释至标线,摇匀。分取 10 mL 溶液于 50 mL 比色管中,加水 25 mL,加盐酸溶液 1 mL,置于 30℃~35℃ 水中保温 10 min,再加氯化钡溶液(4.2)1 mL,摇匀。放置 10 min,稀释至标线,与 1 mL 硫酸盐标准溶液(4.3)同样操作下对照。

6 结果表述

按上述操作若色度浅于标准液,即为该样品硫酸盐<0.1%,若色度深于标准液,即为该样品硫酸盐>0.1%。

木质活性炭试验方法
酸溶物的测定

GB/T 12496.18—1999

代替 GB/T 12496.12—1990

Test methods of wooden activated carbon—
Determination of acid-soluble substance

1 范围

本标准规定了木质活性炭酸溶物的试验方法。
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

试样加盐酸溶液煮沸,过滤,蒸干滤液并灼烧至恒量。

4 仪器

- 4.1 高温电炉。
- 4.2 瓷坩埚 50 mL。

5 试剂和溶液

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。

- 5.1 盐酸(GB/T 622),“1+4”盐酸溶液。
- 5.2 硫酸(GB/T 625)。

6 操作步骤

称取经粉碎至 71 μm 的干燥试样 1.0 g(称准至 0.2 mg),置于 100 mL 锥形烧瓶中,加入“1+4”盐酸溶液 25 mL,加热缓和煮沸 5 min,过滤于已在 600 C 灼烧至恒量的 50 mL 瓷坩埚中,滤渣用热水分次洗涤,滤液和洗液合并,加入硫酸 1 mL,缓和加热蒸发至干,待三氧化硫白烟去尽后,将坩埚送入高温电炉,在 600 C 灼烧至恒量。

7 结果计算

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

式中: X ——试样中的酸溶物含量, %;

m_2 ——灼烧后酸溶性干物质和坩埚质量, g;

m_1 ——坩埚质量, g;

m ——试样质量, g。

木质活性炭试验方法
铁含量的测定

GB/T 12496.19—1999

代替 GB/T 12496.8—1990

Test methods of wooden activated carbon—
Determination of iron content

1 范围

本标准规定了活性炭中铁含量的试验方法。
本标准适用于木质类活性炭。

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

GB/T 9721—1988 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)

3 第一法 1,10-菲啰啉(邻菲啰啉)分光光度法

3.1 方法原理

用盐酸羟胺作还原剂,用乙酸-乙酸钠缓冲液调节 pH4.5,亚铁(Fe^{2+})与 1,10-菲啰啉生成桔红色络合物,于分光光度计波长 510 nm 处测量吸光度。

3.2 仪器

分光光度计:符合 GB/T 9721 之规定。

3.3 试剂和溶液

本方法用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,所用试剂均指分析纯试剂。

3.3.1 盐酸(GB/T 622),“1+9”溶液。

3.3.2 乙酸(GB/T 676),乙酸钠(GB/T 694),乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH=4.5)

称取 16.4 g 无水乙酸钠,加 8.4 mL 冰乙酸,加水溶解后稀释至 100 mL。

3.3.3 盐酸羟胺(GB/T 6685),盐酸羟胺溶液

称取 1 g 盐酸羟胺溶于 100 mL 水中。

3.3.4 1,10-菲啰啉溶液(GB/T 1293)

称取 0.50 g 1,10-菲啰啉溶于 10 mL 乙醇,加 90 mL 水混匀,保存于暗处,如溶液着色,应重新配制。

3.3.5 硫酸亚铁铵 $[\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2 \cdot \text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$

0.01 mg/mL 铁标准溶液:称取 0.702 g 硫酸亚铁铵溶于含 0.5 mL 硫酸的少量水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至标线,从中取出 100 mL 稀释至 1 000 mL,此溶液含 Fe^{2+} 0.01 mg/mL。

3.4 操作方法

3.4.1 称取经粉碎至 $71\ \mu\text{m}$ 的干燥试样 $1.0\ \text{g}$ (称准至 $10\ \text{mg}$)，置于 $100\ \text{mL}$ 锥形烧瓶中，加“1+9”盐酸液 $25\ \text{mL}$ ，缓和煮沸 $5\ \text{min}$ ，稍冷过滤于 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中，并用热水分次洗涤滤渣，滤液和洗液合并，冷却到室温，稀释至标线。取滤液 $10\ \text{mL}$ 于 $50\ \text{mL}$ 容量瓶中，加入乙酸-乙酸钠缓冲溶液(3.3.2) $5\ \text{mL}$ ，盐酸羟胺溶液(3.3.3) $2.5\ \text{mL}$ ，1,10-菲啰啉溶液(3.3.4) $1\ \text{mL}$ ，稀释至标线，摇匀放置 $10\ \text{min}$ 呈颜色反应，用分光光度计在波长 $510\ \text{nm}$ 下用 $1\ \text{cm}$ 比色皿测定吸光度。

3.4.2 标准曲线的绘制

分别吸取铁标准溶液 $0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0\ \text{mL}$ 于 8 只 $50\ \text{mL}$ 容量瓶中，加入乙酸-乙酸钠缓冲溶液 $5\ \text{mL}$ ，盐酸羟胺溶液 $2.5\ \text{mL}$ ，1,10-菲啰啉溶液 $1\ \text{mL}$ ，用水稀释至标线，摇匀放置 $10\ \text{min}$ ，用分光光度计在波长 $510\ \text{nm}$ ，光径 $1\ \text{cm}$ 的比色皿中测定吸光度。以铁标准溶液的使用量(mL)为横坐标，以吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

3.5 结果表述

从标准曲线上查出与测得的吸光度相对应的铁的标准溶液(mL)的吸光度，活性炭的铁含量按式(1)计算：

$$X = \frac{V}{100m} \dots\dots\dots (1)$$

式中： X ——试样中铁的百分含量，%；

V ——由试样吸光度查得铁标准溶液毫升数， mL ；

m ——试样质量， g 。

4 第二法 硫氰酸铵法

4.1 方法原理

用过硫酸铵作氧化剂，硫氰酸铵作显色剂。铁(Fe^{3+})与硫氰酸铵生成红色络合物，用目视比色法测定。

4.2 试剂和溶液

4.2.1 盐酸(GB/T 622)，“1+9”溶液。

4.2.2 过硫酸铵(GB/T 655)， $10\ \text{g/L}$ 过硫酸铵溶液。

4.2.3 硫氰酸铵(GB/T 660)， $10\ \text{g/L}$ 硫氰酸铵溶液。

4.2.4 硫酸铁铵(GB/T 1279) [$\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$]

$0.01\ \text{mg/mL}$ 铁标准溶液：称取 $0.8634\ \text{g}$ 硫酸铁铵溶解于水，加 $2.5\ \text{mL}$ 浓硫酸，移入 $1000\ \text{mL}$ 容量瓶中，稀释至标线，摇匀，此溶液含 $\text{Fe}^{3+} 0.1\ \text{mg/mL}$ 。用时，准确移取 $100\ \text{mL}$ ，摇匀，此溶液含 $\text{Fe}^{3+} 0.01\ \text{mg/mL}$ 。

4.3 操作方法

4.3.1 称取经粉碎至 $71\ \mu\text{m}$ 的干燥试样 $1.00\ \text{g}$ (称准至 $10\ \text{mg}$)，置于 $100\ \text{mL}$ 锥形烧瓶中，加入“1+9”盐酸溶液 $25\ \text{mL}$ ，缓和煮沸 $5\ \text{min}$ ，稍冷过滤于 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中，用热水数次洗涤滤渣，滤液和洗液合并，冷却到室温，稀释至标线。取滤液 $10\ \text{mL}$ 于 $50\ \text{mL}$ 比色管中，加过硫酸铵溶液 $5\ \text{mL}$ ，硫氰酸铵溶液 $5\ \text{mL}$ ，稀释至 $50\ \text{mL}$ ，摇匀，放置 $10\ \text{min}$ ，所呈红色与铁标准溶液与试验液同时同样处理并相对照。取标准溶液 $1\ \text{mL}$ ，铁含量即为 0.01% ， $2\ \text{mL}$ 为 0.02% ，……依此类推。

木质活性炭试验方法
锌含量的测定

GB/T 12496.20—1999

代替 GB/T 12496.14—1990

Test methods of wooden activated carbon—
Determination of zine content

1 范围

本标准规定了锌含量的测定方法。
本标准适用于木质类活性炭。

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

试样用水或酸萃取过滤,用比浊法或比色法测定滤液中锌含量。

4 试剂和溶液

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

4.1 盐酸(GB/T 622),“1+1”溶液,“1+11”溶液。

4.2 亚铁氰化钾(GB/T 1273),100 g/L 溶液。

4.3 氧化锌(GB 1260),基准试剂。

4.4 硫酸(GB/T 625)。

4.5 锌标准液(1 mL 含 0.01 mg 锌)。

称取 0.125 g 氧化锌,溶于 100 mL 水及 1 mL 硫酸中,待溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至标线摇匀,再用移液管自此溶液中吸取 100 mL 入 1 000 mL 容量瓶,稀释至标线,摇匀。此溶液即 0.01 mg/mL 锌标准液。

4.6 硝酸(GB/T 626),“1+2”溶液。

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),25 g/L 溶液。

4.8 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH4~5)

称取 16.4 g 乙酸钠,加 8.4 mL 冰乙酸,加水溶解后稀释至 100 mL。

4.9 二苯基硫巴脲。

4.10 四氯化碳(GB/T 688)。

4.11 二苯基硫巴脲(双硫脲)溶液:称取二苯基硫巴脲 5 mg 于 500 mL 四氯化碳中溶解,储存于棕色瓶中,若绿色消失,应重新配制。

5 操作步骤

5.1 水溶性锌盐操作步骤

称取经粉碎至 $71 \mu\text{m}$ 的干燥试样 1.0 g (称准至 10 mg)，置于 100 mL 锥形烧瓶中，加水 20 mL ，轻轻转动，使试样完全浸湿，加热缓和煮沸 5 min ，稍冷，过滤于 50 mL 比色管中，用热水分次洗涤滤渣，滤液和洗液合并，加入“1+1”盐酸溶液 1 mL ，亚铁氰化钾(4.2)10滴，稀释至 50 mL ，摇匀。放置 10 min 所呈之浑浊与标准溶液对照。

5.2 酸溶性锌盐操作步骤

称取经粉碎至 $71 \mu\text{m}$ 的干燥试样 1.0 g (称准至 10 mg)，置于 100 mL 锥形烧瓶中，加“1+11”盐酸溶液 25 mL ，轻轻转动，使试样完全浸湿，加热缓和煮沸 5 min ，稍冷过滤洗涤于 100 mL 容量瓶中并稀释至标线。取 5 mL 溶液于 100 mL 比色管中，加水 5 mL ，加 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液($\text{pH}4\sim5$)， $1 \text{ mL} 2.5 \text{ g/L}$ 硫代硫酸钠溶液混合后，再加 5 mL 二苯基硫巴脲四氯化碳溶液(4.11)激烈振荡 2 min 后，有机层呈玫瑰-紫红色。与标准溶液相对照。

6 结果表述

6.1 水溶性锌盐

$$X = \frac{V}{1\,000 \cdot m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：X——水溶性锌盐含量，%；

V——所取标准溶液的毫升数，mL；

m——试样质量，g。

6.2 酸溶性锌盐

$$X = \frac{V \times 1}{m \cdot (5/100) \cdot 1\,000} = \frac{V}{50 \cdot m} \dots\dots\dots (2)$$

式中：X——酸溶性锌盐含量，%；

V——所取标准溶液的毫升数，mL；

m——试样质量，g。

木质活性炭试验方法
钙镁含量的测定

GB/T 12496.21—1999

代替 GB/T 12496.10—1990

Test methods of wooden activated carbon—
Determination of calcium and magnesium content

1 范围

本标准规定了钙镁含量的试验方法。
本标准适用于木质类活性炭。

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

试样用盐酸溶液萃取其中钙镁,用络合滴定法测定滤液中的钙镁含量。

4 试剂和溶液

本标准中所用水应符合 GB/T 6682 所规定三级水规格,所用试剂除特殊规定外,均指分析纯试剂。

4.1 盐酸(GB/T 622),“1+1”,“1+11”溶液。

4.2 氨水(GB/T 631),“1+9”溶液。

4.3 硫化钠(HG 3—904),2 g/100 mL 溶液。

4.4 氯化铵(GB/T 658)。

4.5 铬黑 T(HGB 3086),指示剂。

4.6 乙二胺四乙酸二钠[EDTA](GB/T 1401)。

4.7 氧化锌(GB 1260),基准试剂。

4.8 盐酸羟胺(GB/T 6685)。

4.9 无水乙醇(GB/T 678)。

4.10 铬黑 T 指示液

称取 0.50 g 铬黑 T 和 2.0 g 盐酸羟胺,溶于乙醇,并用无水乙醇稀释至 100 mL。

4.11 氨-氯化铵缓冲溶液(pH=10),称取 54 g 氯化铵(称准至 10 mg)溶于 200 mL 水中,加 350 mL 氨水,稀释至 1 000 mL,摇匀。

4.12 0.02 mol/L 乙二胺四乙酸二钠($\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)标准溶液

称取 8 g 乙二胺四乙酸二钠,溶于 1 000 mL 水中,摇匀。

标定:称取 0.40 g(称准至 0.2 mg)于 800 C 灼烧至恒重的氧化锌,用少许水湿润,滴加“1+1”盐酸

至样品溶解,移入 250 mL 容量瓶中,稀释至标线,摇匀。取 25 mL 入 250 mL 锥形瓶中,加 70 mL 水,用氨水(4.2)中和至 pH7~8,加 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液(4.11),加 5 滴铬黑 T 指示液(4.10),用所配制乙二胺四乙酸二钠溶液滴定至溶液由紫色变为纯蓝色。同时做空白试验。乙二胺四乙酸二钠溶液的浓度按式(1)计算:

$$c = \frac{100m_1}{(V_1 - V_2) \times 81.38} \dots\dots\dots(1)$$

式中: c ——乙二胺四乙酸二钠溶液的浓度, mol/L;

m_1 ——氧化锌质量, g;

V_1 ——乙二胺四乙酸二钠溶液用量, mL;

V_2 ——空白试验消耗乙二胺四乙酸二钠溶液用量, mL;

81.38——氧化锌的摩尔质量, g/mol。

4.13 0.02 mol/L 氯化镁溶液

称取 4.2 g 氯化镁于 100 mL 烧杯中加入适量水,溶解完全后移入 1 000 mL 容量瓶,加入 1 mL“1+1”盐酸,用水稀释至刻度。

4.14 乙二胺四乙酸镁溶液

量取 25 mL 0.02 mol/L 氯化镁溶液,加 100 mL 水和 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液,用 0.02 mol/L 乙二胺四乙酸二钠溶液滴定,近终点时,加入 3~5 滴 0.5% 铬黑 T 指示液,继续滴定至溶液由紫色转变为纯蓝色。按滴定所得比例,混合氯化镁溶液与乙二胺四乙酸二钠溶液即为乙二胺四乙酸镁溶液。

5 操作步骤

称取干燥试样 1.0 g(称准至 1 mg)于 100 mL 锥形瓶中,加“1+1”盐酸 25 mL,缓和煮沸 5 min,稍冷过滤,用 30 mL 热水分次洗涤滤渣,滤液和洗液合并,滴加 10% 氨水(4.2)使溶液呈微碱性,过滤于 250 mL 三角烧瓶中,用热水洗涤沉淀,滤液洗液合并,加水使全量约为 100 mL,加 2 mL 硫化钠溶液(4.3),1 mL 乙二胺四乙酸镁溶液(4.14)10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液(4.11)及 2~3 滴铬黑 T 指示液,用 0.02 mol/L 乙二胺四乙酸二钠标准溶液滴定至溶液由蓝紫色转变为纯蓝色。

6 结果表述

结果计算见式(2):

$$X = \frac{V \cdot c \cdot 4.031}{m} \dots\dots\dots(2)$$

式中: X ——试样中钙镁含量(以 MgO 计), %;

V ——乙二胺四乙酸二钠标准溶液的用量, mL;

c ——乙二胺四乙酸二钠标准溶液的浓度, mol/L;

40.31——氧化镁的摩尔质量, g/mol;

m ——试样质量, g。

7 误差与偏差

重复性偏差为 ± 0.04 mmol/L,约相当于 ± 2 滴乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液。

木质活性炭试验方法
重金属的测定

GB/T 12496.22—1999

代替 GB/T 12496.13—1990

Test methods of wooden activated carbon—
Determination of heavy metals

1 范围

本标准规定了木质活性炭重金属含量的试验方法。
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

试样加盐酸溶液煮沸过滤,蒸干滤液。然后用乙酸溶液溶解,用比浊法确定溶解液中的重金属含量。

4 试剂和溶液

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 盐酸(GB/T 622),“1+9”溶液。

4.2 溴水(HG 3—300)。

4.3 冰乙酸(GB/T 676),“1+16”溶液。

4.4 硫化钠[Na₂S·9H₂O](HG 3—905)。

4.5 硫化钠溶液

称取硫化钠 5 g(称准至 10 mg),加水 10 mL、丙三醇(甘油)30 mL 溶解混匀后装入棕色滴瓶。置于阴凉处,避光密闭保存(如出现浑浊应重新配制)。

4.6 丙三醇(GB/T 687)。

4.7 硝酸铅(HG 3—1070)。

4.8 铅标准液(1 mL 含 0.01 mg 铅)

称取 0.160 g 硝酸铅,溶于少量水及 1 mL(1+1)硝酸中,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至标线,摇匀。再用移液管自此溶液中吸取 100 mL 入 1 000 mL 容量瓶,稀释至标线,摇匀,即为 0.01 mg/mL 铅标准液。

5 操作步骤

称取经粉碎至 71 μm 的干燥试样 1.00 g(称准至 10 mg),置于 100 mL 锥形烧瓶中,加入“1+9”盐

酸溶液 12 mL, 溴水 5 mL, 轻轻转动, 使试样完全浸湿, 加热缓和煮沸 5 min, 稍冷, 过滤于 100 mL 锥形烧瓶中, 用热水分次洗涤滤渣, 滤液和洗液合并, 缓和加热此溶液使蒸发至干, 加入“1+16”乙酸溶液 3 mL, 在温水中加热溶解后, 移入 50 mL 比色管中, 加硫化钠溶液(4.5)1 滴, 稀释至 50 mL, 摇匀, 放置 10 min 后, 呈现混浊黑色。

6 结果表述

混浊液之黑色不深于 3 mL 铅标准溶液, 示为活性炭中重金属含量合格。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
木 质 活 性 炭 试 验 方 法

GB/T 12496.1~12496.22—1999

*

中 国 标 准 出 版 社 出 版
北 京 复 兴 门 外 三 里 河 北 街 16 号

邮 政 编 码 : 100045

电 话 : 68522112

中 国 标 准 出 版 社 秦 皇 岛 印 刷 厂 印 刷
新 华 书 店 北 京 发 行 所 发 行 各 地 新 华 书 店 经 售
版 权 专 有 不 得 翻 印

*

开 本 880×1230 1/16 印 张 3 字 数 86 千 字

2000 年 7 月 第 一 版 2000 年 7 月 第 一 次 印 刷

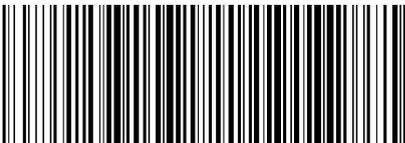
印 数 1—1 800

*

书 号 : 155066 · 1-16694 定 价 21.00 元

*

标 目 410—20



GB/T 12496.1-1999 H