

GB/T 7702.18—2008

10 精密度

10.1 每个样品进行两份试料的平行测定,测定结果的差值应不大于1%。

10.2 结果以算术平均值表示,精确至整数位。

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) 试验人员;
- e) 试验结果;
- f) 试验项目;
- g) 试验日期。

GB/T 7702.18—2008

ICS 75.160.10
D 24

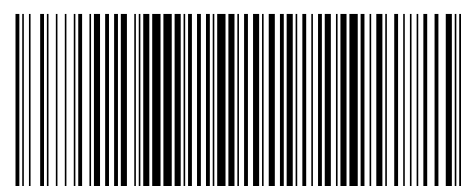


中华人民共和国国家标准

GB/T 7702.18—2008
代替 GB/T 7702.18—1997

煤质颗粒活性炭试验方法 焦糖脱色率的测定

Test method for granular activated carbon from coal—
Determination of caramel adsorption



GB/T 7702.18—2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-35867

定价: 10.00 元

2008-11-20 发布

2009-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

中华人民共和国
国家标准
煤质颗粒活性炭试验方法
焦糖脱色率的测定
GB/T 7702.18—2008

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字
2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷
*
书号: 155066·1-35867 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

6 仪器和设备

- 6.1 三口烧瓶,1 000 mL。
- 6.2 容量瓶,500 mL。
- 6.3 玻璃温度计,0 ℃~200 ℃。
- 6.4 锥形瓶,100 mL。
- 6.5 移液管,25 mL。
- 6.6 玻璃漏斗,φ 70 mm~φ 90 mm。
- 6.7 具塞磨口瓶。
- 6.8 恒温水浴。
- 6.9 分光光度计。
- 6.10 电动搅拌器(可调速)。
- 6.11 分析天平,感量 0.000 1 g。
- 6.12 电热恒温干燥箱,0 ℃~300 ℃。
- 6.13 干燥器,内装无水氯化钙或变色硅胶。
- 6.14 磨样机。
- 6.15 调温电炉。
- 6.16 恒温油浴。

7 试样的制备

用四分法取出约 10 g 试样,置于磨样机中,将试样磨细至 90%以上能通过 0.071 mm 试验筛,筛余试样与其混匀,在 150 ℃±5 ℃的电热恒温箱内干燥 2 h,置于干燥器中冷却备用。

8 测定步骤

- 8.1 使用 A 法焦糖试验液测定焦糖脱色率时称取试料 0.400 g,精确至 0.000 1 g(用 B 法焦糖试验液测定焦糖脱色率时称取试料 0.350 g,精确至 0.000 1 g),置于 100 mL 锥形瓶中。
- 8.2 用移液管量取 25 mL 焦糖试验液,加入装有试料的锥形瓶中,缓慢摇动锥形瓶,使试料完全浸湿。
- 8.3 置于沸水浴中加热 30 min,每隔 5 min 摇动一次。
- 8.4 取出后立即用滤纸过滤,弃去初滤液 5 mL,试验液应全部过滤,冷却至室温。
- 8.5 以水为参比液,用分光光度计在 426 nm 波长下,用 10 mm 比色皿测定滤液吸光度值。
- 8.6 取 25 mL 空白试验液,按 8.4~8.5 的规定进行空白试验,得到空白试验液的吸光度值。

9 结果计算

焦糖脱色率以质量分数 w 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{\rho_0 - (A_x/A) \times \rho}{\rho_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ρ_0 ——焦糖试验液浓度的数值($\rho_0 = 34$ mg/mL);
- A_x ——滤液吸光度的数值;
- A ——空白试验液过滤后吸光度的数值;
- ρ ——空白试验液浓度的数值($\rho = 2$ mg/mL)。

5.8.1.1 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。在三口烧瓶的二口上分别安装电动搅拌器和温度计,另一口敞开。将烧瓶置于甘油浴中(糖液的液面要与甘油浴液面相水平),待糖全部溶解后,开启搅拌器,升高油浴温度并保持在 145 °C±5 °C。当糖液开始沸腾时,缓慢加入无水碳酸钠 5 g,不断搅拌,在 25 min~30 min 内糖液温度达到 110 °C±1 °C,缓慢加入氯化铵 5 g,并升高油浴温度至 155 °C左右,在 25 min~30 min 内使糖液温度达到 125 °C±1 °C,在此温度下保持 35 min。然后缓慢加入碳酸钠溶液并不断搅拌至泡沫消失,倾出。经标定合格后保存在具塞磨口瓶中,置于阴暗处保存,使用期为一个月。若置于冰箱中使用期为一年。

5.8.1.2 标定

5.8.1.2.1 色度标准液

将重铬酸钾在研钵中研细,然后在 115 °C±5 °C 的电热恒温干燥箱中干燥至恒量,称取 0.420 g,加水溶解后移入 1 000 mL 的容量瓶中,稀释至刻度,混匀。

5.8.1.2.2 标定

5.8.1.2.2.1 称取焦糖原液约 0.833 g(准确至 0.000 1 g),加水溶解后移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。

5.8.1.2.2.2 用分光光度计在 426 nm 的波长下,用 10 mm 的比色皿测定其吸光度,与色度标准液在同样条件下的吸光度相比较,差值不得大于 0.03,否则焦糖原液应重新制备。

5.8.2 B法焦糖原液的制备与标定

5.8.2.1 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。在三口烧瓶的二口上分别安装电动搅拌器和温度计,另一口敞开。将烧瓶置于甘油浴中(糖液的液面要与甘油浴液面相水平),待糖全部溶解后,开启搅拌器,升高油浴温度并保持在 145 °C±5 °C。当糖液开始沸腾时,缓慢加入无水碳酸钠 5 g,不断搅拌,在 25 min~30 min 内糖液温度达到 110 °C±1 °C,缓慢加入氯化铵 5 g,在 25 min~30 min 内使糖液温度达到 118 °C±1 °C,保持 30 min。然后缓慢加入碳酸钠溶液,并不断搅拌至泡沫消失,倾出。经标定后保存在具塞磨口瓶中,置于阴暗处保存,使用期为一个月。若置于冰箱中使用期为一年。

5.8.2.2 标定

5.8.2.2.1 色度标准液

将重铬酸钾在研钵中研细,然后在 115 °C±5 °C 的电热恒温干燥箱中干燥至恒量,称取约 0.325 g(准确至 0.000 1 g),加水溶解后移至 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。

5.8.2.2.2 标定

5.8.2.2.2.1 称取焦糖原液约 1.00 g(精确至 0.000 1 g),加水溶解后移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

5.8.2.2.2.2 用分光光度计在 426 nm 的波长下,用 10 mm 的比色皿测定其吸光度,与色度标准液在同样条件下的吸光度相比较,差值不大于 0.03,否则焦糖原液应重新制备。

5.8.3 焦糖试验液

取焦糖原液约 17.00 g(精确至 0.000 1 g),加水溶解后移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。每毫升溶液含有焦糖 34 mg。

5.8.4 空白试验液

称取焦糖原液约 1.00 g(精确至 0.000 1 g),加水溶解后移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。每毫升此溶液含有焦糖原液 2 mg。

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:亚甲基蓝吸附值的测定;
- 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:孔容积和比表面积测定。

本部分为 GB/T 7702 的第 18 部分。

本部分代替 GB/T 7702.18—1997《煤质颗粒活性炭试验方法 焦糖脱色率的测定》。

本部分与 GB/T 7702.18—1997 相比,主要差异如下:

- a) 标准结构按 GB/T 1.1—2000《标准化工作导则 第 1 部分:标准的结构和编写规则》及 GB/T 20001.4—2001《标准化工作导则 第 4 部分:化学分析方法》进行了调整;
- b) 增加 A 法焦糖原液的制备和标定方法;
- c) 增加第 3 章“术语和定义”。

本部分由中国兵器工业集团公司提出并归口。

本部分起草单位:山西新华化工有限责任公司。

本部分主要起草人:韩冲云、李维冰、赵继军、迟广秀、元以栋、张旭、李若梅。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 7702.18—1987,GB/T 7702.18—1997。