

GB/T 7702.6—2008

10 精密度

每个样品做两份试料的平行测定,其差值应不大于 8 mg/g,结果以算术平均值表示,计算结果精确至整数位。

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

GB/T 7702.6—2008

ICS 75.160.10
D 24

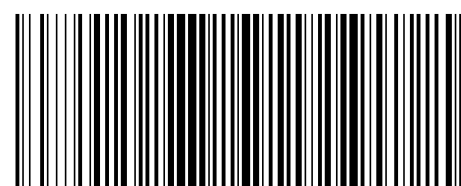


中华人民共和国国家标准

GB/T 7702.6—2008
代替 GB/T 7702.6—1997

煤质颗粒活性炭试验方法 亚甲蓝吸附值的测定

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



GB/T 7702.6—2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-31171

定价: 10.00 元

2008-02-01 发布

2008-07-01 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
亚甲蓝吸附值的测定

GB/T 7702.6—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

2008年4月第一版 2008年4月第一次印刷

*

书号: 155066·1-31171 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

式中:

 c_0 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L); V_2 ——空白试验所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL); V_1 ——试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL); M ——亚甲蓝摩尔质量的数值[$M(1/3C_{16}H_{18}ClN_3S)=106.6\text{ g/mol}$],单位为克每摩尔(g/mol)。

5.9.4 标定精密度

亚甲蓝标准溶液平行测定结果的相对偏差不大于1%。

5.10 淀粉指示液,配制质量分数为0.5%的淀粉指示液。

6 仪器和设备

6.1 电热恒温干燥箱,0℃~300℃。

6.2 干燥器,内装无水氯化钙或变色硅胶。

6.3 分析天平,感量0.0001g。

6.4 恒温水浴,75℃±2℃。

6.5 振荡器,频率(240±20)次/min,振幅36mm±6mm。

6.6 分光光度计。

6.7 具塞磨口锥形瓶,100mL、300mL。

6.8 移液管,50mL。

6.9 烧杯,200mL。

6.10 比色管,25mL。

6.11 试验筛,φ200×50—0.045/0.032方孔。

6.12 玻璃漏斗,φ70mm~φ90mm。

7 试样的制备

对所送样品用四分法取出约10g试样,磨细到90%以上能通过0.045mm试验筛的程度,筛余试样与其混匀,在150℃±5℃电热恒温干燥箱内干燥2h,置于干燥器中冷却,备用。

8 测定步骤

8.1 称取0.1g±0.0004g试料,精确至0.0001g,置于100mL具塞磨口锥形瓶中,用滴定管加入亚甲蓝溶液5mL~15mL(依被测产品而定),盖紧瓶塞,放在振荡器上振荡30min。

8.2 将上述试样吸附过的亚甲蓝溶液过滤至比色管中,混匀。

8.3 用10mm比色皿在665nm波长处,以水为参比液,测定滤液的吸光度值,该滤液的吸光度值应与硫酸铜标准溶液的吸光度读数差值在±0.020范围。

8.4 如超出上述范围应调整加入亚甲蓝溶液的毫升数,重复8.1~8.3操作直至符合要求。

9 结果计算

亚甲蓝吸附值以 E 计,数值以毫克每克(mg/g)表示,按式(3)计算:

$$E = \frac{\rho V}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

 ρ ——亚甲蓝溶液浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL); V ——测定试样所消耗亚甲蓝溶液体积的数值,单位为毫升(mL); m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

4 原理

试样与亚甲蓝溶液混合,充分吸附后,测定亚甲蓝溶液的剩余浓度,计算亚甲蓝吸附值。

5 试剂和材料

5.1 水,GB/T 6682,三级水。

5.2 定性滤纸,GB/T 1914,B等,中速(102)。

5.3 硫酸溶液,用硫酸(GB/T 625,分析纯)配制 1+5 的硫酸溶液。

5.4 碘化钾溶液,用碘化钾(GB/T 1272,分析纯)配制质量分数为 10%的碘化钾溶液。

5.5 硫酸铜标准色溶液,用五水合硫酸铜(Ⅱ)(GB/T 665)分析纯,配制质量分数为 0.4%的硫酸铜标准色溶液。

5.6 缓冲溶液,将以下 a 液与 b 液以 1+1 的体积比均匀混合,得到 pH 值约为 7 的缓冲溶液。

5.6.1 a 液,称取 9.08 g 磷酸二氢钾(GB/T 1274,分析纯),溶于 1 L 水中,混匀。

5.6.2 b 液,称取 23.9 g 十二水合磷酸氢二钠(GB/T 1263,分析纯),溶于 1 L 水中,混匀。

5.7 重铬酸钾标准滴定溶液,浓度 $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.1\text{ mol/L}$,按 GB/T 601—2002 中 4.5 的规定配制和标定。

5.8 硫代硫酸钠标准滴定溶液,浓度 $c(Na_2S_2O_3)=0.1\text{ mol/L}$,按 GB/T 601—2002 中 4.6 的规定配制和标定。

5.9 亚甲蓝溶液,浓度 $\rho(C_{15}H_{18}ClN_3S)=1.5\text{ g/L}$,按下述方法配制:

5.9.1 配制

由于亚甲蓝在干燥过程中性质会发生变化,应在未干燥情况下使用。因此先测定其水分(称取约 1 g 的亚甲蓝,精确至 0.000 1 g,置于 $105^\circ\text{C}\pm 5^\circ\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中干燥 4 h)。

称取与 1.5 g 干燥的亚甲蓝相当的未干燥的亚甲蓝,精确至 0.000 1 g[亚甲蓝未干燥品的取用量按式(1)计算],将亚甲蓝溶于温度为 $60^\circ\text{C}\pm 10^\circ\text{C}$ 的缓冲溶液,待全部溶解后,冷却至室温,过滤至 1 000 mL 容量瓶中,用缓冲溶液洗涤滤渣,再用缓冲溶液稀释至刻度,混匀,静置 1 d 后标定。标定结果应在 $1.500\text{ g/L}\pm 0.015\text{ g/L}$ 范围内,否则,应调至规定范围。

亚甲蓝未干燥品的取用量以 m_i 计,数值以克(g)表示,按式(1)计算:

$$m_i = \frac{m}{A(100-w)} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m ——干燥的亚甲蓝需要量的数值,单位为克(g);

A ——亚甲蓝纯度的数值,%;

w ——亚甲蓝水分的质量分数,%。

5.9.2 标定

用移液管吸取亚甲蓝溶液 50 mL 置于 200 mL 烧杯中,加入重铬酸钾标准滴定溶液 25.00 mL,放入水浴中加热至 $75^\circ\text{C}\pm 2^\circ\text{C}$,搅拌均匀并在 $75^\circ\text{C}\pm 2^\circ\text{C}$ 下保持 20 min 后冷却,过滤至 300 mL 具塞磨口锥形瓶中,加硫酸溶液 25 mL 和碘化钾溶液 10 mL,盖紧瓶塞,摇匀,在暗处放置 5 min 后用硫代硫酸钠标准滴定溶液进行滴定,至溶液呈淡黄色时,加入淀粉指示液 2 mL,滴定至蓝色消失。同时做空白试验。

5.9.3 亚甲蓝溶液的浓度计算

亚甲蓝溶液的浓度以 ρ 计,数值以毫克每毫升(mg/mL)表示,按式(2)计算:

$$\rho = \frac{c_0(V_2 - V_1)M}{50} \quad \dots\dots\dots(2)$$

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 比面积的测定。

本部分为 GB/T 7702 的第 6 部分。

本部分代替 GB/T 7702.6—1997《煤质颗粒活性炭试验方法 亚甲蓝吸附值的测定》。

本部分与 GB/T 7702.6—1997 相比,主要变化如下:

- a) 规定了对实验室用水的要求;
- b) 规定了分析过程中滤纸的等级、规格;
- c) 增加了亚甲蓝试剂中水分的剔除方法;
- d) 将试料对亚甲蓝溶液振荡吸附时间由 20 min 修订为 30 min;
- e) 规定了亚甲蓝溶液标定精密度;
- f) 规定了试料称量范围,提高了称量准确度;
- g) 增加第 3 章“术语和定义”。

本标准由中国兵器工业集团公司提出并归口。

本标准起草单位:山西新华化工有限责任公司。

本标准主要起草人:程清俊、迟广秀、元以栋、张旭、李维冰、赵继军、李若梅。

本标准于 1987 年首次发布,1997 年第一次修订。