

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。

中华人民共和国国家标准

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[Na₂HPO₄·12H₂O](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±0.5)℃下干燥 4 h 后,测定其水分。

国家质量技术监督局 1999-11-10 批准

2000-04-01 实施

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 $(60 \pm 10)^\circ\text{C}$ 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 $(25 \pm 5)^\circ\text{C}$, 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 $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.100 \text{ mol/L}$ 重铬酸钾标准溶液 25.00 mL, 放入水浴中加热至 $(75 \pm 2)^\circ\text{C}$, 并在 $(75 \pm 2)^\circ\text{C}$ 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]。