



中华人民共和国国家标准

GB/T 7702.1~7702.22—1997

煤质颗粒活性炭试验方法

Standard test method for granular activated carbon from coal

1997-12-03 发布

1998-06-01 实施

国家技术监督局 发布

前 言

本标准是根据 GB 7702.14—87《煤质颗粒活性炭硫容量的测定方法》进行修订的。

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 7702.14—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:李仁芳、张旭、张重杰、王建光、张丽荣、罗时严。

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 饱和硫容量的测定

GB/T 7702.14—1997

代替 GB 7702.14—87

Standard test method for granular activated carbon from coal
—Determination of saturated sulphur capacity

1 范围

本标准规定了煤质颗粒活性炭饱和硫容量测定所需装置和试剂、测定准备、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)饱和硫容量的测定。

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 601—88 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 7702.1—1997 煤质颗粒活性炭试验方法 水分的测定

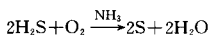
GB/T 7702.10—1997 煤质颗粒活性炭试验方法 防护时间的测定

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

在一定的试验条件下,用含有硫化氢、氨、氧(压缩空气)、氮气(或煤气)的混合气流通过活性炭层,使硫化氢被氧化成单质元素硫而被活性炭吸附。其反应如下:



以每克干燥活性炭试样吸附饱和的增量(毫克数)表示该活性炭的硫容量。

4 试验条件

- 4.1 试验气流的温度:17~25℃。
- 4.2 水浴温度:20~25℃。
- 4.3 气流相对湿度:85%~95%。
- 4.4 气流流速:0.25 L/(min·cm²)。
- 4.5 炭层高度:5 mm。
- 4.6 测定管直径:15~16 mm。
- 4.7 试验时的载气:煤气或氮气。
- 4.8 各种气体的浓度:
 - 4.8.1 硫化氢:(5±0.5) mg/L。

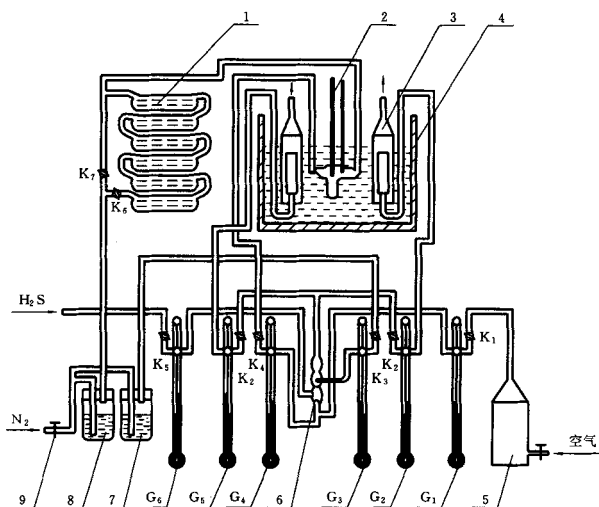
- 4.8.2 氨:0.2~0.3 mg/L。
4.8.3 氧:体积分数为0.3%~1.0%。

5 试剂和溶液

- 5.1 碘标准溶液: $c(1/2I_2)=0.02\text{ mol/L}$,其配制方法按 GB 601—88 中 4.9。
5.2 硫代硫酸钠标准溶液: $c(Na_2S_2O_3)=0.02\text{ mol/L}$,配制方法按 GB 601—88 中 4.6。
5.3 硫酸标准溶液: $c(1/2H_2SO_4)=0.02\text{ mol/L}$,其配制方法按 GB 601—88 中 4.3。
5.4 氢氧化钠标准溶液: $c(NaOH)=0.02\text{ mol/L}$,其配制方法按 GB 601—88 中 4.1。
5.5 硫酸:50%,GB 534—89。
5.6 硫化钠:GB 10500—89。
5.7 甲基橙指示剂:质量分数为1%,其配制方法按 GB 603—88。
5.8 淀粉溶液:质量分数为0.5%,其配制方法按 GB 603—88。
5.9 乙酸锌溶液:质量分数为2%,称取2 g 乙酸锌和取1 mL 冰乙酸配成100 mL 水溶液。
5.10 氨水:GB 631—89。

6 仪器、装置

- 6.1 饱和硫容量测定装置:如图1所示,主要由以下部件构成。
6.1.1 湿度调节器:由六支串联的玻璃管组成,管内各装半管蒸馏水。
6.1.2 干湿球湿度计:按 GB/T 7702.10—1997 附录 A(标准的附录)进行校正。
6.1.3 测定管:只校横断面积。按 WJ 2285 所述方法进行校正。
6.1.4 恒温水浴。
6.1.5 空气净化罐:内装脱脂棉和活性炭以滤除油和杂质。
6.1.6 混合器。
6.1.7 氨水瓶:发生氨气。
6.1.8 洗气瓶:内装浓硫酸,用来净化氨气(或煤气)。
6.1.9 毛细管流量计:按 WJ 2281 所述方法进行校正。
6.1.10 两通玻璃活塞。
6.2 硫化氢发生器:如图2所示,由以下部件构成。
6.2.1 缓冲瓶。
6.2.2 真空表。
6.2.3 贮水瓶:由两个20 L 无色细口瓶组成,内盛饱和食盐溶液。
6.2.4 分液漏斗:内装50%工业硫酸。
6.2.5 H_2S 发生瓶:由一个1 L 抽滤瓶及胶塞构成,内装一定量的硫化钠。
6.2.6 贮气瓶:由两个20 L 无色细口瓶组成。



1—湿度调节器；2—干湿球湿度计；3—测定管；4—恒温水浴；5—空气净化罐；6—混合器；7—氨水瓶；
8—洗气瓶；9—氮气(或煤气)阀；K₁~K₇—两通玻璃活塞；G₁~G₆—毛细管流量计

图1 饱和硫容量测定装置

- 6.2.7 两通玻璃活塞。
 6.2.8 真空泵；10~30 L。
 6.3 振动器；牙科振动器。
 6.4 天平；感量 0.001 g。
 6.5 电热恒温干燥箱；0~300℃。
 6.6 干燥器；内装无水氯化钙或变色硅胶。
 6.7 秒表。
 6.8 试验筛； $\phi 200 \times 50/1.50$ -方孔 GB 6003—85； $\phi 200 \times 50/2.00$ -方孔 GB 6003—85。

7 测定准备

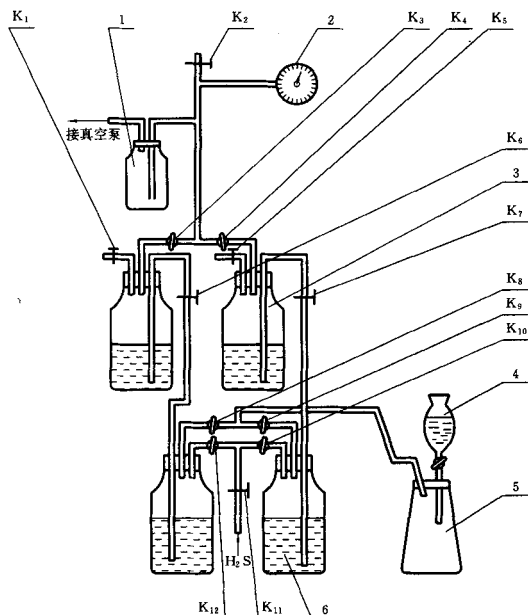
7.1 试样准备

对所送样品用四分法取出试样，然后将试样破碎筛选，取粒度 1.5~2.0 mm 的活性炭在(150±5)℃下干燥 2 h，置于干燥器内冷却备用。

7.2 装置的安装

7.2.1 将硫容量测定装置各部件按图 1 流程垂直地安装在固定的硫容量测定装置板上，根据需要可装 2~12 根测定管。

7.2.2 将硫化氢发生器各部件按图 2 流程安装好。



1—缓冲瓶；2—真空表；3—贮水瓶；4—分液漏斗；5—H₂S发生瓶；
6—贮气瓶；K₁~K₁₂—两通玻璃活塞

图2 硫化氢发生器示意图

7.3 气密检查

按GB/T 7702.10—1997中6.3的规定执行。

7.4 测定管的干燥及称量：将玻璃测定管在105~110℃下干燥2h，置干燥器内冷却后称量（精确至0.001g），记下空管质量。

7.5 装填测定管

将测定管垂直固定于振动器台面上，开动振动器，把准备好的试样小心地装进测定管，使振实后的炭层高度在0.5cm刻线上，取下测定管称量，算出试样质量 m ，然后在炭层上盖上一层玻璃棉，盖好管盖拭净后再称量，得到测定管在试验前的质量 m_0 ，每次称量均精确至0.0002g。称量后放入恒温水浴中的套管内。

7.6 发生硫化氢

硫化氢用图2所示的硫化氢发生器发生，它由硫化钠和硫酸反应制得。往发生瓶(5)内加入一定量的硫化钠，分液漏斗(4)内盛一定量50%的工业硫酸。

发生时，启动真空泵，用K₂调节真空度，抽空贮水瓶(3)，打开活塞K₃、K₆、K₈（或K₄、K₇、K₉），关闭K₁₂、K₁（或K₅、K₁₀），同时使分液漏斗中的硫酸慢慢滴入发生瓶内，生成的H₂S气体经K₈（或K₉）进入贮气瓶(6)内。当硫化氢充满贮气瓶(6)后，关闭K₈、K₆、K₅（或K₇、K₄、K₁）及真空泵，关闭分液漏斗活塞，停止发生硫化氢。

使用时，打开活塞K₁、K₆、K₁₁、K₁₂（或K₅、K₇、K₁₁、K₁₀），使贮水瓶(3)中的水流入贮气瓶(6)中，排出硫化氢，使之经图1中的K₅进入混合器(6)。

7.7 混合气体中各气体浓度的测定

从分配管引一路混合气体以 70~100 mL/min 的流量(用活塞和流量计调节)进入两个串联的吸收瓶中(图 1 中均未示出),通气一定时间后,用化学滴定法测定各气体的浓度。

7.7.1 硫化氢浓度

用 2% 的乙酸锌溶液 50 mL 注入两个串联的吸收瓶中,通气 20 min 后取下吸收瓶,将吸收液连同吸收瓶吹洗液放入 200 mL 的锥形瓶中,加入过量的碘标准溶液(40.00 mL 以上),用硫代硫酸钠标准溶液滴定过量的碘(用淀粉作指示剂)。

硫化氢浓度按式(1)计算:

$$c_0 = \frac{(c_1 V_1 - c_2 V_2) \times 17}{Q \times t} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: c_0 ——硫化氢浓度,mg/L;

c_1 ——碘标准溶液的浓度,mol/L;

V_1 ——加入吸收液中的碘液体积,mL;

c_2 ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度,mol/L;

V_2 ——滴定消耗之硫代硫酸钠体积,mL;

Q ——通入吸收瓶之混合气体流量,mL/min;

t ——混合气体通入吸收瓶的时间,min。

7.7.2 氨浓度

测定氨的浓度时,须先关闭 H_2S 后才能测定。用浓度为 0.02 mol/L 的硫酸溶液 20.00 mL,注入两个串联的吸收瓶中用来吸收混合气体中的氨,生成硫酸铵。通气 20 min 后用浓度为 0.02 mol/L 的氢氧化钠标准溶液滴定,中和过量的酸(用甲基橙作指示剂)。

氨气浓度按式(2)计算:

$$c_5 = \frac{(c_3 V_3 - c_4 V_4) \times 17}{Q \times t} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: c_5 ——氨气浓度,mg/L;

c_3 ——硫酸标准溶液的浓度,mol/L;

V_3 ——硫酸溶液(吸收液)体积,mL;

c_4 ——氢氧化钠标准溶液的浓度,mol/L;

V_4 ——滴定消耗的氢氧化钠标准溶液体积,mL;

Q ——同式(1);

t ——同式(1)。

7.7.3 氧含量

按空气中氧体积占 20% 来计算。

8 测定步骤

准备工作就绪后,开氮气(或煤气),用活塞 K_3 ,流量计 G_3 调节好流量(按预先调定的位置),然后通入氨、氧(空气)及硫化氢,用 K_1 、 K_2 、 K_6 和 G_1 、 G_2 、 G_3 调节好各自的流量。测定管在通气 20 h 后取下,盖好胶皮塞后称量,称量后根据吸附量大小确定第二次称量时间。当吸附接近饱和时,每隔 3 h 称量一次,直至饱和(两次称量之质量差不大于 0.002 g)时为止。试验完毕后将吸附饱和的测定管在 98~102℃ 干燥 3 h 后再称量(精确至 0.000 2 g),得到测定管在试验后的质量 m_1 ,据此计算吸附量。重复上述步骤,再做一份试样。

9 测定结果的处理

9.1 结果计算

活性炭饱和和硫容量按式(3)计算:

$$A_1 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 1000 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: A_1 ——饱和硫容量,mg/g;

m_1 ——测定管在试验后的干燥质量,g;

m_0 ——测定管在试验前的质量,g;

m ——试样的质量,g。

9.2 两份试样各测定一次,允许差应不大于10%。结果以算术平均值表示,精确至整数位。

10 试验报告

按GB/T 7702.1—1997第7章的规定执行。