

ISC 73.040

D 20

MT

中华人民共和国煤炭行业标准

MT/T XXXX-200X

颗粒活性炭半脱氯值的测定方法

Determination Dechlorination Half-Value length of granule activated

carbon

(报批稿)

200x-xx-xx 发布

200x-xx-xx 实施

国家安全生产监督管理总局

发布

前言

本标准为首次制定。

本标准参照 DIN19603 Dechlorination Half-Value length section 第 5.7 部分编写。由于该德国标准 5.7 部分比较简单，不符合中国标准的书写要求，因此本标准在原德国标准的基础上增加了如下内容：方法提要，含氯水溶液的配制方法，所用到试剂的规格，所用到溶液的配制及标定。

本标准由中国煤炭工业协会提出。

本标准由全国煤炭标准化技术委员归口。

本标准起草单位：煤炭科学研究总院北京煤化工研究分院。

本标准主要起草人：王岭、梁大明。

颗粒活性炭半脱氯值的测定方法

1 范围

本标准规定了测定煤基颗粒活性炭半脱氯值所用的试样、仪器设备、测定步骤、结果表达和方法的精密度。

本标准适用于煤基颗粒活性炭，包括使用过的活性炭和再生炭，也适用于果壳炭。

2 方法提要

一定浓度的含氯水溶液，以规定的流速通过规定体积的活性炭层，取 29-30min 的流过活性炭层的水样，测水中氯的含量，并计算活性炭的半脱氯值。

3 试剂及溶液

3.1 盐酸，HCl，GB 622，分析纯。

3.2 可溶性淀粉，HGB 3095，指示剂。

淀粉指示剂：溶解 1g 淀粉到 100mL 蒸馏水中，煮沸后放凉备用。

3.3 碘化钾，KI，GB 1272，分析纯。

10%的碘化钾溶液：称取碘化钾 10g，转移到 250mL 的锥形瓶中，加入 100mL 的蒸馏水溶解。

3.4 三级水，GB 6682。

3.5 硫代硫酸钠（ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ），GB 601，分析纯。

3.5.1 0.1mol/L 硫代硫酸钠溶液的配制：称取 26g 硫代硫酸钠（或 16g 无水硫代硫酸钠）溶于 1000mL 蒸馏水中，温火煮沸 10min，冷却到室温，转移到 1000mL 的容量瓶中，放置 1d 后标定。

3.5.2 硫代硫酸钠溶液的标定：

称取于 $(120 \pm 5)^\circ\text{C}$ 电热恒温干燥箱中烘干到恒重的基准重铬酸钾 0.1g，称准到 0.2mg，放入碘量瓶中，加入 20mL 蒸馏水溶解，加 2g 碘化钾及 1mL 浓盐酸，摇匀，于暗处放置 10min，加约 50mL 蒸馏水，用 0.1mol/L 硫代硫酸钠溶液滴定，近终点时，加入 0.5mL 淀粉指示剂，继续滴定溶液由黄变为亮绿色，同时作空白试验。

3.5.3 硫代硫酸钠溶液浓度的计算：

$$N = \frac{M}{(V_1 - V_2) \times 0.04903} \dots\dots\dots(1)$$

式中：N—硫代硫酸钠溶液的浓度，mol/L；
M—重铬酸钾的质量，g；
V₁—硫代硫酸钠溶液的用量，mL；
V₂—空白试验硫代硫酸钠溶液的用量，mL；
0.04903—换算常数。

3.5.4 0.01mol/L 硫代硫酸钠溶液的配制：取上述标定好的硫代硫酸钠溶液 100mL，转移到 1000mL 的容量瓶中，稀释到刻度。

3.6 次氯酸钠溶液，NaClO，GB 19106。

3.6.1 次氯酸钠试验液：次氯酸钠溶液中的氯因长期放置时会从液体中逸出，所以试剂瓶中的次氯酸钠溶液在使用前要标定一次，按照标定的浓度计算出应取出的量，配成含有效氯浓

度为 (5.0±0.5) mg/L 的次氯酸钠溶液>25L。

3.6.2 次氯酸钠试剂瓶中有效氯浓度的标定:

次氯酸钠试剂瓶中一般含有效氯 7—10%，取一个 500 mL 的带塞磨口锥形瓶，加入约 200mL 的蒸馏水，从试剂瓶中取出 1 mL 的液体，转移到上述锥形瓶中，用浓度为 0.01mol/L 硫代硫酸钠溶液标定，当溶液颜色变浅时，加入淀粉指示剂 1mL，继续滴定到溶液由兰变白，记下消耗硫代硫酸钠溶液的体积。次氯酸钠试剂瓶中有效氯浓度按下式计算。

$$C=0.355 \times V \text{-----}(2)$$

式中：C—次氯酸钠溶液中有效氯的浓度，mg/mL；

0.355—1 mL 0.01mol/L 的硫代硫酸钠溶液相当于 0.355mg 的氯；

V—滴定中消耗的硫代硫酸钠溶液的体积，mL。

3.6.3 次氯酸钠试验液中有效氯浓度的标定:

取次氯酸钠试验液 200mL，转移到 500mL 的带塞磨口锥形瓶中，加入 10% 的碘化钾溶液 10mL，加入 1mL 的浓盐酸，加入 1% 的淀粉溶液 1mL，用 0.01mol/L 的硫代硫酸钠溶液滴定，当溶液由蓝变白时，结束滴定，并记下消耗的硫代硫酸钠溶液的体积。次氯酸钠试验液中有效氯浓度按下式计算

$$C=0.355 \times V \times 5 \text{-----}(3)$$

式中：C—次氯酸钠溶液的浓度，mg/L；

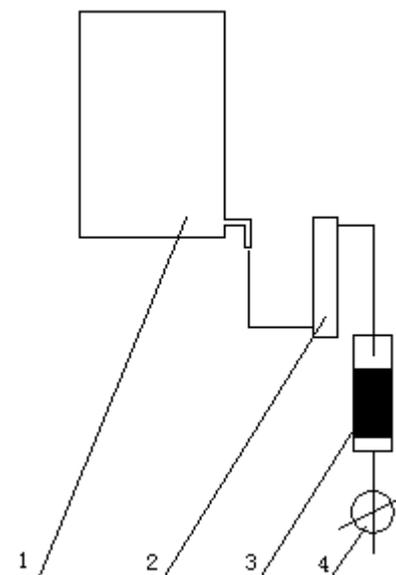
0.355—1 mL 0.01mol/L 的硫代硫酸钠溶液相当于 0.355mg 的氯；

V—滴定中消耗的硫代硫酸钠溶液的体积，mL。

3.6.4 次氯酸钠试验液中有效氯浓度的调整: 配好的次氯酸钠试验液中有效氯的浓度应在 (5.0 ±0.5) mg/L 以内，如果不在这个范围，应通过加蒸馏水或是加次氯酸钠试剂的方法调整它的浓度，以使其在这一范围之内。

4 仪器设备

4.1 半脱氯值的试验装置见图 1。



1.储水箱，2.流量计，3.测试管，4.止水阀。

图 1. 活性半脱氯值的试验装置

4.2 试验用测试管见图 2，材质为玻璃，玻璃管底部的支架材质也是玻璃，支架开孔孔径为

1mm, 开孔率>30%。

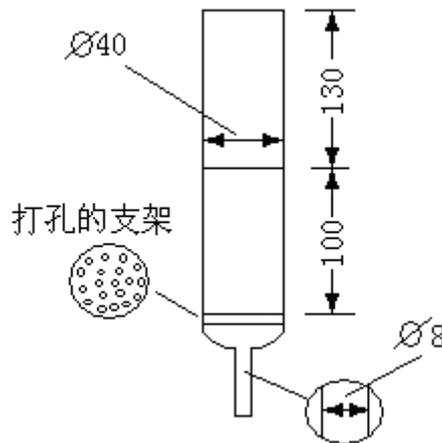


图 2. 测试管, 图中尺寸: mm

5 测定步骤

- 5.1 将样品充分混合, 用四分法取出约 200mL 的试样。也可用二分器(分样器)缩分样品。
- 5.2 将试样放入 1000 mL 的烧杯中, 加入约 200mL 的蒸馏水, 煮沸 5min 以驱赶活性炭中的气体。然后放凉备用。
- 5.3 将放凉后的活性炭放入测试管中, 边向测试管中加入活性炭边在橡胶垫上轻敲测试管, 炭层高度应加到(10±0.1)cm 的刻线处, 当在橡胶垫上轻敲测试管而炭层高度不再变化时, 将测试管与装置连好。
- 5.4 向活性炭中通入次氯酸钠试验液, 进水的流量应控制在 (756±5) mL /min, 同时调整测试管下的止水夹, 使次氯酸钠试验液没过活性炭层的上表面, 但又不能使次氯酸钠试验液从测试管的上边溢出。
- 5.5 当次氯酸钠试验液流到第 29min 时, 用一个 1000 mL 的烧杯接第 29—30min 的流出液。从这一流出液中取出 200 mL 转移到 500mL 的烧杯中, 测定其中的氯含量, 测定按 3.6.3 操作, 计算按(3)式计算。
- 5.6 重复 5.1—5.5 的步骤再测一份试样。

6 结果计算

6.1 活性炭的半脱氯值按下式计算:

$$C = \frac{0.301t}{\lg(u/v)} \quad \text{-----(3)}$$

- 式中: C--半脱氯值, cm;
t--活性炭层的高度, cm;
u--进水中氯的含量, mg/L;
v--出水中氯的含量, mg/L。

6.2 结果以 2 次测定结果的算术平均值表示, 表示到小数点后 1 位。

7 精密度

两次重复测定结果的差值不得超过其算术平均值的 10%。