

ISC 73.040

D 21

MT

中华人民共和国煤炭行业标准

MT/T XXXX-200X

活性炭中酸溶铁含量的测定方法

Determination for acid soluble iron content in activated carbon

(送审稿)

200x-xx-xx 发布

200x-xx-xx 实施

国家安全生产监督管理总局

发布

目次

前言

1 范围

2 规范性引用文件

3 定义和术语

4 方法提要

5 试剂及配制方法

6 仪器设备

7 测定步骤

8 结果计算

9 方法的精密度

前言

本标准等效采用“ASTM D 6647-2001 用原子吸收法测定酸溶铁的标准试验方法”。

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、李书荣、梁大明。

本标准为首次制定。

活性炭中酸溶铁含量的测定方法

1 范围

本标准规定了测定煤质颗粒活性炭中酸溶铁含量所用的试样、仪器设备、测定步骤、结果表达和方法的精密度。

本标准适用于煤质颗粒活性炭及使用过的活性炭、再生炭和粉炭中酸溶铁含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用成为本标准的条款。凡是注明日期的引用文件，其随后所有的修改（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注明日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 7702.15-1997 煤质颗粒活性炭试验方法 灰分的测定。

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 定义和术语

下列术语和定义适用于本标准

3.1 活性炭 activated carbon

具有吸附性能的含炭类物质。

3.2 酸溶铁 acid soluble iron

在规定条件下，活性炭中酸可溶铁的质量百分数。

4 方法提要

先测定活性炭的总铁含量，再将这一活性炭磨细、酸洗，再测酸洗后的活性炭的铁含量，两者之间的差值为该活性炭中酸溶铁的含量。

5 试剂及配制方法

5.1 本标准所用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规格。

5.2 盐酸：符合 GB/T 622-77 的要求。

5.3 乙酸：符合 GB/T676 的要求。

5.4 乙酸钠：符合 GB/T694

乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH=4.5)：称取 16.4g 无水乙酸钠，加 8.4mL 冰乙酸，加蒸馏水溶解后稀释到 100mL。

5.5 盐酸羟胺：符合 GB/T6685 的要求。

1% 盐酸羟胺溶液：称取 1g 盐酸羟胺，加入 100mL 蒸馏水溶解。

5.6 1,10 菲啰啉：符合 GB/T 1293 的要求。

0.5% 1,10 菲啰啉溶液：称取 1,10 菲啰啉 0.5g，加入 10mL 乙醇溶解，再加入蒸馏水 90mL 混匀，保存于暗处，如溶液变色，应重新配制。

5.7 乙醇：符合 GB 678-90 的要求。

5.8 硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)：符合 664-93 的要求

0.01mg/mL 标准铁溶液：称取 0.498g 硫酸亚铁溶于含 0.5mL 硫酸的少量水中，移入 1000mL 容量瓶中，稀释到刻度，从中取出 10mL 稀释到 100mL，此溶液含铁 0.01mg/mL。

6 仪器设备

- 6.1 天平：分度值：0.0001g。
- 6.2 电热恒温干燥箱：0℃—300℃。
- 6.3 干燥器：内装无水变色硅胶。
- 6.4 马弗炉：带有调温装置且能保持温度（850±10）℃。
- 6.5 灰皿：长 30mm×宽 20mm×高 10mm。
- 6.6 制样机：能将活性炭磨细到 45um 的制样设备。
- 6.7 分光光度计：符合 GB/T 9721 的要求。

7 测定步骤

- 7.1 将样品充分混合，用四分法取出试样。也可用二分器（分样器）缩分样品。
- 7.2 按照 GB/T 7702.15 测定活性炭的灰分。
- 7.3 收集灰于一个 100 mL 的小烧杯中，用蒸馏水冲洗灰皿，将灰全部冲入烧杯中。
- 7.4 加入 3.7% 的盐酸 25 mL，温火煮沸 5min，稍冷过滤于 100 mL 容量瓶中，并用热水分次洗涤滤渣，滤液和洗液合并，冷却到室温，稀释到标线。
- 7.5 取滤液 10 mL 于 50 mL 容量瓶中，加入乙酸-乙酸钠缓冲溶液 5 mL，盐酸羟胺溶液 2.5 mL，1,10 菲罗啉溶液 1 mL，用蒸馏水稀释到标线，摇匀，放置 10min 呈颜色反应，用分光光度计在波长 510nm 下用 1cm 比色皿测定吸光度。
- 7.6 标准曲线的绘制：吸取 0.01mg/mL 的铁标准溶液 0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0 mL 于 5 只 50 mL 的容量瓶中，加入乙酸-乙酸钠缓冲溶液 5 mL，盐酸羟胺溶液 2.5 mL，1,10 菲罗啉溶液 1 mL，用蒸馏水稀释到标线，摇匀放置 10min 呈颜色反应，用分光光度计在波长 510nm 下用 1cm 比色皿测定吸光度。以铁标准溶液的使用量(mL)为横坐标，以吸光度为纵坐标绘制标准曲线。
- 7.7 活性炭中总铁含量的计算：

$$\text{活性炭中总铁含量}(\%) = \frac{0.01 \times V \times 10}{m} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中：0.01----标准铁溶液的浓度，单位为毫克每毫升，mg/mL；
V----由试样吸光度查得铁标准溶液体积，单位为毫升，mL；
m----测灰分时称量的活性炭的质量数，单位为毫克，mg。

- 7.8 测酸洗后活性炭中的含铁量：取约 10g 的活性炭，用制样机将活性炭磨细到 45um(如果活性炭是粉炭且满足粒度要求,可不做这一步)，将磨细的活性炭倒入 250 mL 的锥形瓶中，加入 100 mL 蒸馏水，25 mL 浓盐酸，温火煮沸 5min，取下锥形瓶并立刻抽滤分离出活性炭，用蒸馏水淋洗 2-3 次。将活性炭连同滤纸转移到直径约 100mm 的表面皿中，放入电热恒温干燥器中（150±10）℃恒温干燥 3h。烘干后把表面皿连同活性炭放入干燥器中冷却到室温。再按照 GB/T 7702.15-1997 测定酸洗后活性炭的灰分。将烧成的灰移入一个 100mL 的小烧杯中，此后的操作如同 7.2-7.5 中所述，计算如同 7.7。

8 结果计算

- 8.1 活性炭中酸溶铁含量按下式计算：

$$\text{活性炭中酸溶铁含量}(\%) = (F_1 - F_2) \dots\dots\dots(2)$$

式中：F₁----酸洗前活性炭铁含量的质量百分数，单位为百分数，%；
F₂----酸洗后活性炭铁含量的质量百分数，单位为百分数，%。

9 方法的精密度

两次平行测定结果的差值不得超过其算术平均值的 10%。