

ISC 73.040

D21

MT

中华人民共和国煤炭行业标准

MT/T XXXX-200X

活性炭吸附 H_2S 穿透容量和 穿透时间的测定方法

Determination of H_2S breakthrough capacity and
breakthrough time of 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 试剂和材料

6 仪器设备

7 测定步骤

8 结果计算

9 方法的精密度

附录 A (规范性附录)

前言

本标准修改采用“ASTM D 6646-2001 测定活性炭吸附 H₂S 穿透容量的试验方法”。

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会归口。

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。

活性炭吸附 H₂S 穿透容量和穿透时间的测定方法

1 范围

本标准规定了测定煤质颗粒活性炭吸附 H₂S 穿透容量和穿透时间试验所用的试样、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吸附 H₂S 穿透容量和穿透时间的测定，也适用于果壳炭、用过的活性炭和再生炭。

2 定义和术语

下列术语和定义适用于本标准

2.1 活性炭 activated carbon

具有吸附性能的含碳类物质。

2.2 穿透容量 Breakthrough capacity

当含有吸附质的气体通过活性炭床层时，当床层出口气体吸附质浓度超过了规定值时，单位体积活性炭吸附的吸附质的量称为该活性炭的吸附容量。

2.3 穿透时间 Breakthrough time

当含有吸附质的气体通过活性炭床层时，当床层出口气体吸附质浓度超过了规定值时，试验所需的时间称为该活性炭的穿透时间。

3 方法提要

一定体积的活性炭，经增湿后，在规定条件下通入 (1±0.05)% 的 H₂S 气体，当通入炭层后吸附管的尾气中 H₂S 的浓度达到 50mL/m³ 时，单位体积活性炭吸附的 H₂S 的质量为该活性炭的穿透容量，吸附所需时间为穿透时间。

4 试剂和材料

4.1 氢氧化钠 (NaOH) GB/T 629-1997。

4.2 酚酞。

4.3 H₂S 检测管，能检测出 H₂S 浓度为 (0~100) mL/m³ 的检测管。

4.4 喷壶，约 300mL。

5 仪器设备

5.1 测定装置见图 1。

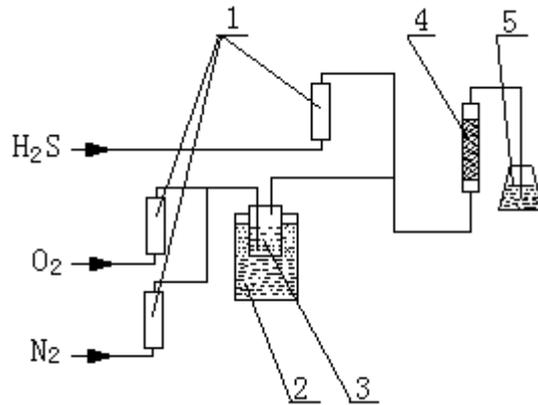
5.2 吸附管：直径约 25mm，有效容积 (116±5) mL，具体尺寸见图 2。此吸附管用于测直径 ≤2.5mm 的活性炭，当测定的活性炭直径 >2.5mm 时，应选用吸附管的直径是活性炭直径的 10 倍，吸附管打孔的支架开孔率应大于 30%。

6 测定步骤

6.1 试样及其制备：将样品用四分法取出式样。也可用二分器（分样器）缩分样品。

6.2 样品的增湿：将活性炭放入白磁盘中，用喷壶向活性炭喷入雾状蒸馏水，使其增湿到水分为 5%—7%。

6.3 将增湿过的活性炭装入吸附管中，并将吸附管在橡胶垫上敦实，加到吸附管刻线后继续敦实，直到活性炭体积不再变化，然后将吸附管安装到装置上。



1.流量计, 2.恒温水浴, 3.增湿器, 4.吸附管, 5 装有碱和酚酞指示剂的锥形瓶。

图 1: 活性炭吸附 H_2S 穿透容量和穿透时间的装置示意图

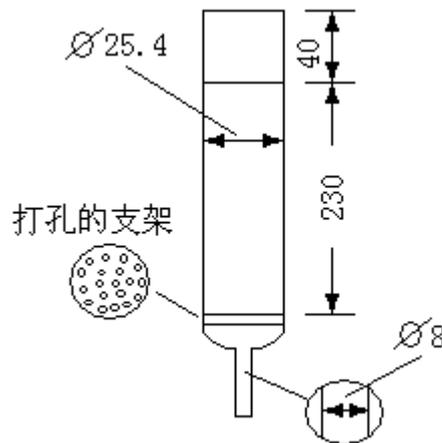


图 2: 吸附管, 图中尺寸: mm

6.4 按化验后的 H_2S 的浓度计算应配入的 O_2 、 N_2 和 H_2S 的气量, 总气体流量是 (1450 ± 50) mL/min, H_2S 的浓度是 $(1 \pm 0.05)\%$, O_2 浓度是 20%, 其余为 N_2 。调整恒温水浴的温度为 $(25 \pm 2)^\circ\text{C}$, 当气体配好后, 向吸附管中通入混合气, 把吸附管的尾气引入一个 100mL 的锥形瓶中, 锥形瓶中加入约 50mL 蒸馏水, 加入少许 0.5mol/L 的氢氧化钠溶液和少许酚酞指示剂, 同时记下时间。

6.5 开始试验后每隔 30min 观察一下锥形瓶的粉红色是否消失, 如果粉红色消失, 证明有 H_2S 气体穿过, 这时应每隔 (20-30) min 用快速 H_2S 气体检测管检查尾气, 直到尾气中 H_2S 气体的浓度为 $50\text{mL}/\text{m}^3$, 这时停止试验, 并记下时间。

6.6 按上述步骤再作一份平行试验。

7 结果计算

7.1 H_2S 的穿透容量为:

$$C = \frac{C_0 \times V_z \times T \times 34}{22.4 \times V_G} \dots\dots\dots(1)$$

- 式中：C—H₂S 的穿透容量，单位为克每毫升，g/mL；
 C₀—试验气中 H₂S 的体积百分数，单位为百分数，%；
 V_z—试验气的总流量，单位为毫升每分钟，mL/min；
 34—H₂S 的摩尔质量，单位为克每摩尔，g/mol；
 22.4—标准状况下 H₂S 的摩尔体积，单位为升每摩尔，L/mol；
 V_G—吸附管的有效体积，单位为毫升，mL。

7.2 结果以两次试验的算术平均值表示，穿透容量修约到小数点后 3 位，穿透时间修约到 min。

8 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%。

附录 A
(规范性附录)
气体中 H₂S 浓度的标定

A1. 试剂及溶液配制

A1.1 氢氧化钠(NaOH),GB/T 629。

0.5mol/L 氢氧化钠溶液: 溶解 5g 氢氧化钠到 250mL 蒸馏水中。

A1.2 硫酸 (H₂SO₄) ,GB625。

3mol/L 硫酸溶液: 溶解 42mL 浓硫酸 (95--98%) 到 250mL 蒸馏水中。

A1.3 可溶性淀粉。

1% 淀粉溶液: 溶解 1g 淀粉到 100mL 蒸馏水中, 煮沸后放凉备用。

A1.4 硫代硫酸钠 (Na₂S₂O₃ · 5H₂O) ,GB/T 637。

硫代硫酸钠溶液 c (Na₂S₂O₃ · 5H₂O)=0.1mol/L。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。

A1.4.1 硫代硫酸钠溶液的标定:

称取于 120℃ 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 5mL 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。

A1.4.2 硫代硫酸钠溶液浓度的计算:

$$N = \frac{M}{(V_1 - V_2) \times 0.04903} \dots\dots\dots (A1)$$

式中: N—硫代硫酸钠溶液的浓度, 单位为摩尔每升, mol/L;

M—重铬酸钾的质量, 单位为克, g;

V₁—硫代硫酸钠溶液的用量, 单位为毫升, mL;

V₂—空白试验硫代硫酸钠溶液的用量, 单位为毫升, mL;

0.04903—换算常数。

A1.5 碘 (I₂) ,GB/T 675

0.5 mol/L 碘溶液: 称量 65g 碘及 175g 碘化钾, 在研钵中研细混匀, 溶于 100mL 水中, 转移到 1000mL 容量瓶中, 稀释到刻度, 摇匀, 保存于棕色瓶中备用。

A1.5.1 碘溶液的标定:

取配制好的碘溶液 10.00mL 移入 250mL 的碘量瓶中, 加入约 20mL 蒸馏水, 用标定后的硫代硫酸钠滴定, 近终点时, 加入 0.5mL 淀粉指示剂, 继续滴定溶液由黄变白时为止。

A1.5.2 碘溶液浓度的计算:

$$N_2 = N_1 \times V_1 / V_2 \dots\dots\dots (A2)$$

式中: N₂—碘溶液的浓度, 单位为摩尔每升, mol/L;

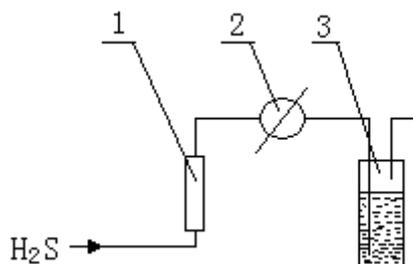
N₁—硫代硫酸钠溶液的浓度, 单位为摩尔每升, mol/L;

V₂—碘溶液的体积, 单位为毫升, mL;

V₁—硫代硫酸钠溶液的体积, 单位为毫升, mL。

A2. H₂S 浓度的标定 (钢瓶气体中 H₂S 浓度的标定和配出的混合气体中 H₂S 浓度的标定)

A2.1 如图 A1 组装好标定 H₂S 气体浓度的装置。



1.流量计, 2.三通阀, 3.吸收瓶。

图 A1.测定 H₂S 气体浓度装置图。

A2.2 记录下环境温度 (K) 和大气压力 (mmHg)。

A2.3 将三通阀转到气体与洗气瓶断开, 调节流量计 (最好是质量流量计), 使气体流量为 500mL/min (对于 H₂S 的浓度为 5% 的气体) 或 1450mL/min (对于 H₂S 浓度为 1% 的气体), 记录下流量。

A2.4 加入大约 50mL 的 0.5mol/L 的 NaOH 溶液到洗气瓶中。

A2.5 转动三通阀使气体通入洗气瓶, 同时按下秒表。

A2.6 使气体通入洗气瓶 5min (对于 5% 的 H₂S 气体) 或 2.5min (对于 1% 的 H₂S 气体), 这段时间要准确的控制。

A2.7 结束试验时, 转动三通阀使气体与洗气瓶断开, 并同时按下秒表, 记录下这一时间, 并关闭钢瓶阀门。

A2.8 加入 25mL (对于 5% 的 H₂S 气体) 或 10mL (对于 1% 的 H₂S 气体) 的 0.5mol/L 的碘溶液到放有磁搅棒的碘量瓶中, 加入 15mL 的 3mol/L 的硫酸溶液, 用塞子盖上。

注: 在强酸溶液中, 碘对空气氧化非常敏感, 所以一定要在加酸后很快滴定。

A2.9 转移洗气瓶中的内容物到含有酸化后的碘溶液的碘量瓶中, 操作时沿着碘量瓶的边沿倒入洗气瓶中液体, 在倒入时应以适当的速度搅拌, 用蒸馏水冲洗洗气瓶并将这部分水也倒入洗气瓶中。由于有过量的碘在碘量瓶中, 这时碘量瓶中的液体应是乳白和棕色的混合颜色。

A2.10 立即用 0.1mol/L 的硫代硫酸钠溶液滴定上述溶液, 当看上去碘的颜色消失时, 加入少许的淀粉指示剂, 继续滴定到蓝色消失。记录下所用硫代硫酸钠溶液的体积数。

A3 H₂S 浓度的计算:

$$\text{气体中H}_2\text{S的浓度(}\%) = \frac{N_1 \times V_1 - N_2 \times V_2}{2 \times F \times T_i} \times \frac{22.4 \times 760 \times T_p}{273 \times P} \dots\dots (A3)$$

式中: N₁—碘溶液的浓度, 单位为摩尔每升, mol/L;

V₁—碘溶液的体积, 单位为毫升, mL;

N₂—硫代硫酸钠溶液的浓度, 单位为摩尔每升, mol/L;

V₂—消耗的硫代硫酸钠溶液的体积, 单位为毫升, mL;

22.4—气体在标准状况下的摩尔体积;

2—H₂S 与碘的反应中电子得失个数比;

F—气体流量, 单位为毫升每分钟, mL/min;

T_i—洗气时间, 单位为分钟, min;

T_p—环境温度, 单位为开尔文, K;

P—环境压力, 单位为毫米汞柱, mmHg。