

活性炭碘吸附值检验检测作业指导规范

邹晓通

(常熟市检验检测中心, 江苏 常熟 215500)

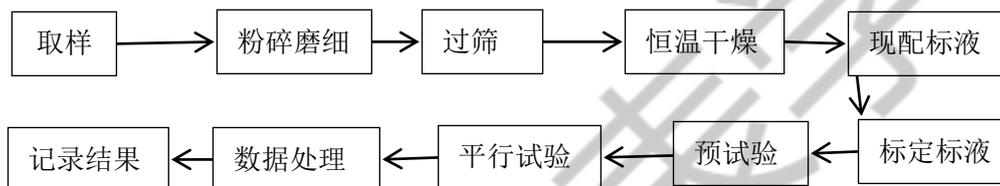
1 参考依据

GB/T 7702.7-2008 煤质颗粒活性炭试验方法 碘吸附值的测定

2 指导背景

活性炭碘吸附值检验检测步骤繁多, 操作复杂, 且涉及到复杂的运算, 更存在试验失败的风险, 因此, 需要统一一般的试验过程, 达到准确且省时的目的。

3 步骤缩略图



4 步骤叙述

①对所送样品用四分法取出约 10g, 磨细至全部通过 0.075mm 试验筛

②将磨细的样品放置 150℃恒温干燥烘箱中干燥 2h, 取出冷却备用

③按规定称取 12.7g 碘和 19.1g 碘化钾, 加水缓慢溶解, 静置 4h, 再加水稀释至约 1L, 可得碘标准溶液。另外按照 GB/T 601-2002 配制硫代硫酸钠标准溶液, 并进行标定, 调节碘标准溶液浓度范围在 0.1010~0.0990mol/L。

④预试验称取约 1.3g 样品于 250mL 的干燥具塞磨口锥形瓶中, 用移液管移取 10.00mL 盐酸溶液, 摇动浸湿后塞好塞子, 加热煮沸 30s, 冷却后, 用移液管加入 100.0mL 碘标准溶液, 立即塞紧塞子。剧烈摇动 30s, 迅速用滤纸过滤至干燥的锥形瓶中, 用移液管取滤液 50.00mL 置于干燥锥形瓶中, 用硫代硫酸钠标准溶液滴定至淡黄色, 加入 2mL 淀粉溶液, 继续滴定至蓝色消失。计算滤液浓度 c , 要求其在 0.008~0.040mol/L 范围内, 若不在则重新取样。

⑤平行试验要求按照称取样品越多则滴定消耗硫代硫酸钠溶液越少的原则, 根据预试验结果判断适宜的样品量, 使得滤液浓度结果既要在 0.008~0.040mol/L 范围内, 又要包含

0.02mol/L 这个关键点,重复④中试验步骤获得三个质量数据为一组试验结果,并再做一组。

⑥将获得的 2 组数据利用电脑的 Excel 生成拟合曲线,要求拟合的相关系数不小于 0.995,并计算 0.02mol/L 时的碘吸附值,要求平行试样所得差值不超过平行结果平均值的 2%。若不满足上述结果则需要重新试验。

5 计算公式

$$E(\text{mg/g}) = \frac{(100c_1 - 11/5c_2V) \times 126.9}{m} \quad c = \frac{c_2V}{50}$$

式中:

E: 碘吸附值 (mg/g);

c_1 : 碘 (1/2 I₂) 标准溶液浓度 (mol/L);

c_2 : 硫代硫酸钠标准溶液浓度 (mol/L);

V: 消耗硫代硫酸钠标准溶液体积 (mL);

m: 试样质量 (g);

c: 剩余滤液浓度 (mol/L)。

6 质量要点分析

①样品磨细后必须过筛,否则会导致吸附试验不完全,结果偏低。

②按照当下各单位要求活性炭吸附值在 800mg/g 为合格产品状态下,经过多次测试,预试验取 1.3g 样品所得数据是稳定的有效数据,有较大的参考意义,在样品吸附值在 500~1100mg/g 的状况下是非常实用的,能增加试验的成功率,因此建议预试验以此为准。

③关于碘标准溶液,经过多轮测试,碘标准溶液浓度在 0.1030~0.0970mol/L 范围内对样品测试结果影响较小甚至忽略不计,因此可适当放宽要求,以此提高试验成功率,从而减少浪费时间。

④数据要求比较复杂,根据标准溶液的浓度值,试验时可适当简化为滴定消耗的硫代硫酸钠标准溶液体积在 5~19mL 范围内,且一组数据三个结果必须横跨 10.00mL 这个点,且做完一组数据要立即使用 Excel 表格进行拟合计算,若不符合要立即重做。

⑤当取样 1.3g,预试验滴定消耗的硫代硫酸钠标准溶液超过 20mL 时候,要加大取样量,若取样已达 5g 仍然如此,此时不进行拟合计算,使用实际数据计算碘吸附值 E,报告结果为小于此数值即可。

7 测试设计与结果

取 7 份不同的活性炭样品，由同一人同一天进行碘吸附值的测定，安排两人进行辅助操作，分别配制三个碘液，浓度经调节标定后为 0.1050mol/L、0.1000mol/L、0.0950mol/L，用这三种碘液对 10 份不同样品进行吸附操作，经试验后所得结果整理如下：

硫代硫酸钠浓度为 0.1000mol/L 碘液浓度为 0.1030mol/L

原始数据	m1 (g)	v1 (mL)	m2 (g)	v2 (mL)	m3 (g)	v3 (mL)	拟合公式	碘吸附值 (mg/g)
样 I	1.3562	19.00	1.5987	15.20	2.0556	9.80	$Y=0.199x+3.0418$	505
样 II	1.0558	18.50	1.2568	15.00	1.6685	9.50	$Y=0.2723x+3.2642$	633
样 III	0.7889	19.00	1.0964	14.00	1.5357	9.20	$Y=0.2614x+3.2973$	713
样 V	0.8968	17.20	1.1525	11.60	1.4541	6.80	$Y=0.1965x+3.2522$	829
样 VI	0.7748	18.00	1.0275	12.00	1.3348	6.50	$Y=0.203x+3.3076$	918
样 VII	0.8065	13.80	1.0040	9.40	1.3569	4.80	$Y=0.2657x+3.4736$	1052
样 VIII	0.8004	12.00	1.0142	7.80	1.3008	4.00	$Y=0.252x+3.4903$	1154

硫代硫酸钠浓度为 0.1000mol/L 碘液浓度为 0.1000mol/L

原始数据	m1 (g)	v1(mL)	m2 (g)	v2 (mL)	m3 (g)	v3(mL)	拟合公式	碘吸附值 (mg/g)
样 I	1.3669	18.50	1.6348	14.50	2.1164	8.50	$Y=0.1556x+2.9631$	500
样 II	1.0685	17.50	1.2846	14.00	1.6389	9.20	$Y=0.2585x+3.2384$	630
样 III	0.8065	19.80	1.1168	14.00	1.5546	8.00	$Y=0.304x+3.372$	717
样 V	0.9191	15.80	1.1340	11.20	1.3111	8.00	$Y=0.1789x+3.2224$	829
样 VI	0.8045	16.00	1.0686	10.00	1.3425	6.00	$Y=0.2243x+3.3458$	922
样 VII	0.7946	13.30	1.0855	7.30	1.3469	4.30	$Y=0.2485x+3.4455$	1055
样 VIII	0.7795	11.80	1.0658	6.70	1.3568	4.00	$Y=0.3194x+3.602$	1146

硫代硫酸钠浓度为 0.1000mol/L 碘液浓度为 0.0970mol/L

原始数据	m1 (g)	v1(mL)	m2 (g)	v2 (mL)	m3 (g)	v3(mL)	拟合公式	碘吸附值 (mg/g)
样 I	1.3654	17.50	1.6428	13.50	2.1009	7.70	$Y=0.1405x+2.9384$	501
样 II	1.1126	16.00	1.3342	12.30	1.6979	8.20	$Y=0.2683x+3.2512$	624

样Ⅲ	0.8225	19.50	1.1043	13.50	1.5242	7.70	$Y=0.244x+3.2674$	713
样Ⅴ	0.9678	14.00	1.1867	9.50	1.4325	5.80	$Y=0.1717x+3.2055$	820
样Ⅵ	0.7865	15.8	1.0568	9.50	1.3005	5.80	$Y=0.1997x+3.3025$	919
样Ⅶ	0.7645	13.00	1.0448	7.50	1.3205	4.10	$Y=0.2552x+3.4583$	1059
样Ⅷ	0.6675	14.50	1.9525	7.40	1.2042	4.20	$Y=0.2343x+3.4552$	1141

由测试数据可知,当活性炭碘吸附值在 500~1100mg/g 的状况下,其有效数据所用称样量均包含 1.3g 位置,因此预试验取 1.3g 样品有较大的成功率,能有效帮助判断正式试验所需要的称取量,极大的减少了失败的概率,既节约了时间,又减少了试剂的损耗。同时,通过横向比对,同一样在不同碘液的试验下所得结果完全满足标准规定的差值小于 2%的要求,因此碘液浓度适当放宽至 0.1030~0.0970mol/L,有效的减少了标定的时间,提高了效率。以上结论支持质量分析要点中的②与③。