



中华人民共和国国家标准

GB/T 7702.7—2023

代替 GB/T 7702.7—2008

煤质颗粒活性炭试验方法 第 7 部分：碘吸附值的测定

Test method for granular activated carbon from coal—
Part 7: Determination of iodine number

2023-05-23 发布

2023-05-23 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 7702《煤质颗粒活性炭试验方法》的第7部分。GB/T 7702 已经发布了以下部分：

- 第1部分：水分的测定；
- 第2部分：粒度的测定；
- 第3部分：强度的测定；
- 第4部分：装填密度的测定；
- 第5部分：水容量的测定；
- 第6部分：亚甲蓝吸附值的测定；
- 第7部分：碘吸附值的测定；
- 第8部分：苯酚吸附值的测定；
- 第9部分：着火点的测定；
- 第10部分：苯蒸气 氯乙烷蒸气防护时间的测定；
- 第13部分：四氯化碳吸附率的测定；
- 第14部分：硫容量的测定；
- 第15部分：灰分的测定；
- 第16部分：pH值的测定；
- 第17部分：漂浮率的测定；
- 第18部分：焦糖脱色率的测定；
- 第19部分：四氯化碳脱附率的测定；
- 第20部分：孔容积和比表面积的测定。

本文件代替 GB/T 7702.7—2008《煤质颗粒活性炭试验方法 碘吸附值的测定》，与 GB/T 7702.7—2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了标准的适用范围(见第1章,2008年版的第1章)；
- b) 增加了振荡器(见6.4)；
- c) 更改了振荡方式(见8.1.4,2008年版的第8.4)；
- d) 增加了碘吸附值小于600 mg/g的分析方法(见8.2)；
- e) 更改了精密度(见10.2,2008年版的第10章)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国兵器工业集团公司提出并归口。

本文件起草单位：山西新华防化装备研究院有限公司、中国兵器工业标准化研究所。

本文件主要起草人：黄济民、周晓东、张润辉、刘亚东、宋秀峰、张鹏飞、宋振超、武慧恩、张重杰、邢浩洋、温维丽、金彦任、胡岚、阴兆栋、杜平、林娜、王东泽、费卓鑫。

本文件于1987年首次发布,1997年第一次修订,2008年第二次修订,本次为第三次修订。

引 言

GB/T 7702.7 主要涉及煤质颗粒活性炭碘吸附值的测定。GB/T 7702.7 旨在提高分析的准确度，缩短分析周期，GB/T 7702 拟由 20 个部分构成。

- 第 1 部分：水分的测定。目的在于评价活性炭含水程度，为后续客户使用提供依据。
- 第 2 部分：粒度的测定。目的在于评价活性炭粒度分布状况。
- 第 3 部分：强度的测定。目的在于评价活性炭在一定条件下的耐磨程度。
- 第 4 部分：装填密度的测定。目的在于评估活性炭的堆积重量，可为用户提供活性炭单位体积的质量，为用户在使用过程中提供设计依据的装填体积。
- 第 5 部分：水容量的测定。目的在于评估活性炭的总孔容积，是活性炭生产过程中快速检测的一种实用方法。
- 第 6 部分：亚甲基蓝吸附值的测定。目的在于评价活性炭次微孔的吸附能力，是活性炭液相脱色能力的一种主要表征方法，活性炭用于液相吸附时常用其评价。
- 第 7 部分：碘吸附值的测定。目的在于评价活性炭的微孔吸附能力，是活性炭气相吸附能力的一种主要表征方法，活性炭用于气相吸附时常用其评价。
- 第 8 部分：苯酚吸附值的测定。目的在于评价活性炭对烷烃的吸附能力。
- 第 9 部分：着火点的测定。目的在于为评价活性炭的着火点，为用户使用时提供设计依据。
- 第 10 部分：苯蒸气 氯乙烷蒸气防护时间的测定。目的在于评价活性炭的防护性能。
- 第 13 部分：四氯化碳吸附率的测定。目的在于评价活性炭对挥发性有机物的饱和吸附量，主要用于活性炭气相吸附时使用，一般 VOC 吸附时使用比较多。
- 第 14 部分：硫容量的测定。目的在于评价活性炭的静态硫的吸附能力，主要用于原料气脱硫能力的表征。
- 第 15 部分：灰分的测定。目的在于评价活性炭中除碳元素以外其他元素氧化物的氧化程度。
- 第 16 部分：pH 值的测定。目的在于评估活性炭浸入水后，溶液的酸碱程度。
- 第 17 部分：漂浮率的测定。目的在于评估活性炭漂浮率，是活性炭在水中表面浮灰及鼓泡物料的含量总和。
- 第 18 部分：焦糖脱色率的测定。目的在于评价活性炭中大孔的脱色能力，主要用于液相有机大分子吸附时能力的表征。
- 第 19 部分：四氯化碳脱附率的测定。目的在于评价活性炭对有机物的脱出能力。
- 第 20 部分：孔容积和比表面积测定。目的在于评估活性炭的孔隙分布情况和吸附能力。
- 第 21 部分：液相动态吸附能力的测定。目的在于评价活性炭动态脱除水中可溶污染物吸附能力。
- 第 22 部分：液相静态吸附能力的测定。目的在于评价活性炭静态脱除水中可溶污染物吸附能力。

煤质颗粒活性炭试验方法

第7部分：碘吸附值的测定

1 范围

本文件描述了煤质颗粒活性炭碘吸附值测定的方法，包括原理、试剂和材料、仪器和设备、试样的制备、测定步骤、测定数据处理、精密度和试验报告。

本文件适用于煤质颗粒活性炭碘吸附值的测定，也适用于其他形状活性炭碘吸附值的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 601—2016 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 622 化学试剂 盐酸
- GB/T 675 化学试剂 碘
- GB/T 1272 化学试剂 碘化钾
- GB/T 1914 化学分析滤纸
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

吸附碘量 capacity of iodine adsorption

在规定的试验条件下，活性炭与碘液充分振荡后，吸附碘的毫克数。

3.2

碘吸附值 iodine number

E

每克活性炭吸附碘的质量。

注：单位以毫克每克表示。

4 原理

在规定条件下，定量的活性炭试料与碘标准滴定溶液充分振荡吸附后，用滴定法测定溶液剩余碘量，计算每克活性炭试料吸附碘的毫克数。

5 试剂和材料

5.1 水,GB/T 6682 规定的三级水。

5.2 盐酸溶液,配制质量分数为 5% 的盐酸溶液。量取 70 mL 盐酸(GB/T 622 规定的分析纯),缓慢注入 550 mL 水中,混匀。

5.3 碘,GB/T 675 规定的分析纯。

5.4 碘化钾,GB/T 1272 规定的分析纯。

5.5 碘标准滴定溶液, $c(1/2I_2)=0.100\ 0\ \text{mol/L}$,称取 12.7 g(精确至 0.000 1 g)碘及 19.1 g(精确至 0.000 1 g)碘化钾,置于烧杯中,加入约 5 mL 水搅拌,在搅拌过程中继续多次加水(每次约 5 mL),直至溶液体积达到 50 mL~60 mL。混合后的溶液应放置 4 h 以上(以保证所有晶体全部溶解),在放置 4 h 内应搅拌 2~3 次。将该溶液移至 1 L 的棕色容量瓶中,稀释至刻度。按 GB/T 601—2016 中 4.9.2 的规定标定。

5.6 硫代硫酸钠标准滴定溶液, $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.100\ 0\ \text{mol/L}$,按 GB/T 601—2016 中 4.6 的规定配制和标定。

5.7 淀粉指示液,用可溶性淀粉指示剂配制 10 g/L 的淀粉指示液,按 GB/T 603—2002 中 4.1.4.20 的规定配制。

5.8 定性滤纸,GB/T 1914 规定的中速(102)。

6 仪器和设备

6.1 分析天平,分度值为 0.000 1 g。

6.2 电热恒温干燥箱,室温 10 °C~300 °C。

6.3 干燥器,内装无水氯化钙或变色硅胶。

6.4 振荡器,振荡频率为每分钟(240±10)次,振幅为 20 mm。

6.5 单标线吸量管,2 mL、10 mL、25 mL、50 mL、100 mL。

6.6 具塞磨口锥形瓶,250 mL。

6.7 电热板,室温至 350 °C。

6.8 滴定管,25 mL、50 mL,分度值 0.1 mL。

6.9 玻璃漏斗, $\phi 70\ \text{mm}\sim\phi 90\ \text{mm}$ 。

6.10 试验筛, $\phi 200\times 50-0.075/0.050$ 方孔。

6.11 量筒,5 mL、100 mL。

6.12 棕色容量瓶,1 L。

6.13 烧杯,100 mL、250 mL。

7 试样的制备

用四分法从活性炭样品中取出约 10 g 试样,磨细至 90% 以上能通过 0.075 mm 的试验筛,筛上试样与其混匀,然后在电热恒温干燥箱中 150 °C 条件下干燥 2 h,置于干燥器内冷却,作为试样备用。

8 测定步骤

8.1 碘吸附值(E)大于或等于 600 mg/g 样品的测定

8.1.1 估算试料使用质量(m),单位为克(g),按公式(1)计算:

$$m = \frac{[c_1 V_1 - c(V_1 + V_2)]M}{E_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c_1 —— 碘标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 —— 加入碘标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

c —— 滤液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 —— 加入盐酸溶液体积,单位为毫升(mL);

M —— 碘摩尔质量 [$M(1/2I_2) = 126.9$ g/mol],单位为克每摩尔(g/mol);

E_0 —— 估计试料碘吸附值,单位为毫克每克(mg/g)。

注:通常3份试料的质量用0.01 mol/L、0.02 mol/L和0.03 mol/L 3个 c 值计算。

8.1.2 按3个 c 值计算结果,称取3份不同质量的试料(m),精确至0.000 1 g。

8.1.3 将3份试料分别放入容量为250 mL的干燥具塞磨口锥形瓶中,用单标线吸量管分别移取10.00 mL盐酸溶液(V_2),加入到每个具塞磨口锥形瓶中,塞好玻璃塞,摇动,使试料浸润。拔去塞子,在电热板上加热微沸(30 ± 2)s,冷却至室温。

8.1.4 用单标线吸量管移取100.00 mL的碘标准滴定溶液(V_1),为避免延迟处理时间,应错开时间依次加入上述锥形瓶中,立即塞好玻璃塞,在振荡器上振荡30 s,迅速用滤纸分别过滤到干燥的具塞磨口锥形瓶中。

8.1.5 用20 mL~30 mL初滤液漂洗单标线吸量管。

8.1.6 用单标线吸量管移取每份滤液50.00 mL(V),置于250 mL锥形瓶中,用硫代硫酸钠标准滴定溶液进行滴定(V_3)。当溶液呈淡黄色时,加入1 mL~2 mL淀粉指示液,滴定至溶液蓝色消失。

8.2 碘吸附值小于 600 mg/g 样品的测定

8.2.1 称取0.75 g(精确至0.000 1 g)试料(m)加入到250 mL干燥的具塞磨口锥形瓶中,用单标线吸量管移取10.00 mL盐酸溶液(V_2)加入到锥形瓶中,塞好玻璃塞,摇动,使试料浸润。拔去塞子,加热微沸(30 ± 2)s,冷却至室温。

8.2.2 用单标线吸量管移取50.00 mL碘标准滴定溶液(V_1)加入到上述磨口锥形瓶中,盖上瓶塞,在振荡器上振荡15 min,静置5 min后用滤纸过滤溶液。

8.2.3 用10 mL~15 mL初滤液漂洗单标线吸量管。

8.2.4 用单标线吸量管移取25.00 mL滤液(V)加入容量为250 mL的锥形瓶中,用硫代硫酸钠标准溶液(V_3)进行滴定。当溶液呈淡黄色时,加入1 mL~2 mL淀粉指示液,滴定至溶液蓝色消失。

9 测定数据处理

9.1 碘吸附值大于或等于 600 mg/g 的测定数据处理

9.1.1 滤液浓度

滤液浓度(c),单位为摩尔每升(mol/L),按公式(2)计算:

$$c = \frac{c_2 V_3}{V} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c_2 —— 硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_3 —— 消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V —— 滤液体积,单位为毫升(mL)。

注: 活性炭对任何吸附质的吸附能力与吸附质在溶液中的浓度有关,为了获得剩余浓度 0.02 mol/L 时的碘吸附值,滤液浓度要在 0.008 mol/L~0.040 mol/L 范围内,否则,需调整试料质量。

9.1.2 吸附碘量

吸附碘量(X),单位为毫克(mg),按公式(3)计算:

$$X = \left(c_1 V_1 - \frac{V_1 + V_2}{V} c_2 V_3 \right) M \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

c_1 —— 碘标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 —— 加入的碘标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 —— 加入盐酸溶液的体积,单位为毫升(mL);

V —— 滤液体积,单位为毫升(mL);

c_2 —— 硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_3 —— 消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

M —— 碘摩尔质量[$M(1/2I_2) = 126.9$],单位为克每摩尔(g/mol)。

9.1.3 碘吸附值(E)

按公式(4)计算:

$$E = \frac{X}{m} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

E —— 碘吸附值,单位为毫克每克(mg/g);

X —— 吸附碘量,单位为毫克(mg);

m —— 试料质量,单位为克(g)。

9.1.4 在吸附等温线上取值

按 3 份试料的结果在双对数坐标上给出 E (纵坐标)对 c (横坐标)的直线。按公式(5)用最小二乘法计算 3 点与直线的拟合值。

$$\lg E = a \lg c + b \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

E —— 碘吸附值,单位为毫克每克(mg/g);

a —— 拟合直线斜率;

c —— 滤液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

b —— 拟合直线截距。

9.1.5 根据吸附等温线,拟合的相关系数不小于 0.995 时,取剩余浓度 $c = 0.02$ mol/L 时的 E 为碘吸附值。

9.2 碘吸附值小于 600 mg/g 的测定数据处理

按公式(3)和公式(4)进行计算。

10 精密度

10.1 每个样品做 2 份试料的平行测定,结果以算术平均值表示,计算结果精确至整数位。

10.2 同实验室内,2个测定结果的差值应不大于2%;不同实验室间,碘吸附值为600 mg/g~1 450 mg/g时测定结果的差值应不大于5%,碘吸附值为600 mg/g以下时测定结果的差值应不大于10%。

11 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 试样编号;
 - b) 本文件编号;
 - c) 使用的方法;
 - d) 试验项目;
 - e) 试验结果;
 - f) 试验人员;
 - g) 试验日期。
-