

中华人民共和国国家标准

GB/T 7702.14—2008

代替 GB/T 7702.14—1997, GB/T 7702.22—1997

煤质颗粒活性炭试验方法 硫容量的测定

Test method for granular activated carbon from coal—
Determination of sulphur capacity

2008-11-20 发布

2009-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 7702《煤质颗粒活性炭试验方法》分为：

- 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。

本部分为 GB/T 7702 的第 14 部分。

本部分代替 GB/T 7702.14—1997《煤质颗粒活性炭试验方法 饱和硫容量的测定》、GB/T 7702.22—1997《煤质颗粒活性炭试验方法 穿透硫容量的测定》。

本部分与 GB/T 7702.14—1997、GB/T 7702.22—1997 相比，主要差异如下：

- a) 标准结构按 GB/T 1.1—2000《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则》及 GB/T 20001.4—2001《标准化工作导则 第4部分：化学分析方法》进行调整；
- b) 将 GB/T 7702.14—1997《煤质颗粒活性炭试验方法 饱和硫容量的测定》、GB/T 7702.22—1997《煤质颗粒活性炭试验方法 穿透硫容量的测定》整合为 GB/T 7702.14—2008《煤质颗粒活性炭试验方法 硫容量的测定》；
- c) 规定计时器的分度值为 0.1 s；
- d) 将饱和硫容量氧气的体积分数更正为 0.6%~1.0%；
- e) 对量、单位统一按规定进行修改。

本部分由中国兵器工业集团公司提出并归口。

本部分起草单位：山西新华化工有限责任公司。

本部分主要起草人：迟广秀、赵继军、李维冰、元以栋、张旭、庞惠生、李若梅。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 7702.14—1987, GB/T 7702.14—1997；
- GB/T 7702.22—1987, GB/T 7702.22—1997。

煤质颗粒活性炭试验方法

硫容量的测定

1 范围

本部分规定了煤质颗粒活性炭硫容量测定的原理、测定步骤及结果计算等内容。

本部分适用于煤质颗粒活性炭硫容量的测定,也适用于浸渍活性炭。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 7702 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 601—2002 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 625 化学试剂 硫酸(GB/T 625—2007,ISO 6353-2:1983,NEQ)

GB/T 631 化学试剂 氨水(GB/T 631—2007,ISO 6353-2:1983,NEQ)

GB/T 676 化学试剂 乙酸(冰醋酸)(GB/T 676—2007,ISO 6353-2:1983,NEQ)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 7702.10—2008 煤质颗粒活性炭试验方法 苯蒸气 氯乙烷蒸气防护时间的测定

GB/T 10500 工业硫化钠

WJ 2281 防护器材测试用流量计检定规程

WJ 2285 活性炭、浸渍活性炭试验用测定管检定规程

3 原理

3.1 饱和硫容量测定

在一定的试验条件下,利用活性炭的多孔性,吸附硫化氢气体,在氧气和氨气存在的情况下,发生催化还原反应,析出的单质硫附着在活性炭上,直至达到吸附饱和为止。即为活性炭的饱和硫容量。

3.2 穿透硫容量测定

在一定的试验条件下,利用活性炭的多孔性,吸附一定浓度的硫化氢气体,当透过活性炭试料层的硫化氢气体浓度达到体积分数 50×10^{-6} 时,这段时间内每克活性炭吸附硫化氢气体的质量即为活性炭的穿透硫容量。

4 试剂和材料

4.1 水,GB/T 6682,三级水。

4.2 碘标准滴定溶液, $c(1/2I_2)=0.02 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601—2002 中 4.9 的规定配制。

4.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液, $c(Na_2S_2O_3)=0.02 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601—2002 中 4.6 的规定配制。

4.4 硫酸标准溶液, $c(1/2H_2SO_4)=0.02 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601—2002 中 4.3 的规定配制。

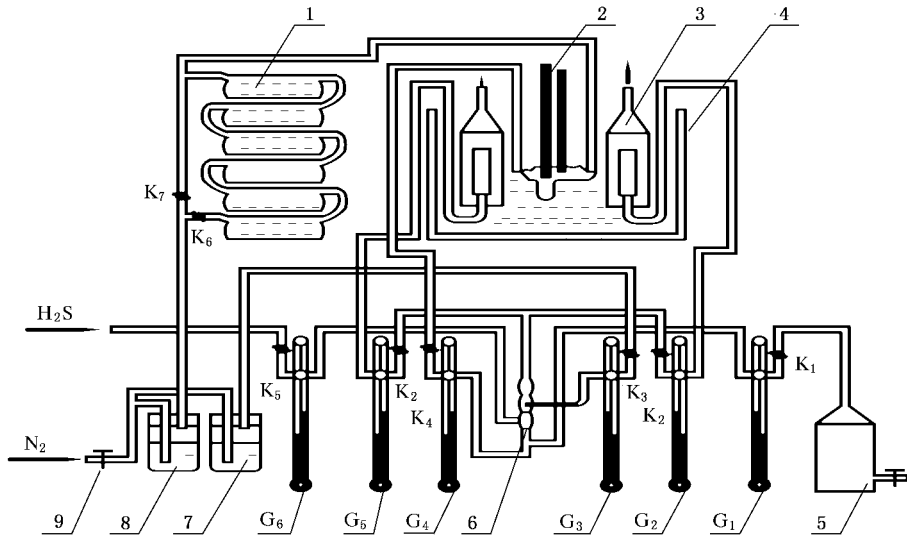
4.5 氢氧化钠标准滴定溶液, $c(NaOH)=0.02 \text{ mol/L}$,按 GB/T 601—2002 中 4.1 的规定配制。

4.6 醋酸锌溶液,质量分数为 2%,称取 2 g 醋酸锌和取 1 mL 冰醋酸稀释成 100 mL 水溶液。

- 4.7 甲基橙指示剂,质量分数为 1%,按 GB/T 603—2002 中 4.1.4.8 的规定配制。
- 4.8 淀粉指示剂,配制质量分数为 0.5%的淀粉指示剂。
- 4.9 氨水,GB/T 631。
- 4.10 硫化钠,GB/T 10500。
- 4.11 乙酸(冰醋酸),GB/T 676。
- 4.12 硫酸,50%,GB/T 625。
- 4.13 硫化氢。

5 仪器和设备

5.1 饱和硫容量测定装置,见图 1,主要由以下部件组成:



- 1——湿度调节器；
- 2——干湿球湿度计；
- 3——测定管；
- 4——恒温水浴；
- 5——空气净化罐；
- 6——混合器；
- 7——氨水瓶；
- 8——洗气瓶；
- 9——氨气(或煤气)阀；

K₁~K₇——两通玻璃活塞；

G₁~G₆——毛细管流量计。

图 1 饱和硫容量测定装置

- 5.1.1 湿度调节器,由 6 支水平放置的玻璃管串联组成,管内各装容积一半的水；
- 5.1.2 干湿球湿度计,按 GB/T 7702.10—2008 附录 A 的规定校正；
- 5.1.3 测定管,φ15 mm~16 mm,按 WJ 2285 的规定校正；
- 5.1.4 恒温水浴；
- 5.1.5 空气净化罐,内装脱脂棉和活性炭；
- 5.1.6 混合器；
- 5.1.7 氨水瓶；
- 5.1.8 洗气瓶,内装浓硫酸,用来净化氨气(或煤气)；

- 5.1.9 毛细管流量计,按 WJ 2281 规定校正;
- 5.1.10 两通玻璃活塞。
- 5.2 穿透硫容量测定装置,见图 2,主要由以下部件构成:
- 5.2.1 空气净化器;
- 5.2.2 湿度调节器;
- 5.2.3 干湿球湿度计,按 GB/T 7702.10—2008 中附录 A 的规定;
- 5.2.4 毛细管流量计,按 WJ 2281 的规定校正;
- 5.2.5 测定管,内径 20 mm,高度 240 mm,按 WJ 2285 的规定校正;
- 5.2.6 混合器。
- 5.3 硫化氢发生器(也可直接购买钢瓶气),见图 3,主要由以下部件组成:
- 5.3.1 缓冲瓶;
- 5.3.2 真空表;
- 5.3.3 贮水瓶,由两个 20 L 无色细口瓶组成,内盛饱和食盐溶液;
- 5.3.4 分液漏斗,内装 50% 工业硫酸;
- 5.3.5 硫化氢发生瓶,由一个 1 L 抽滤瓶及胶塞构成,内装一定量的硫化钠;
- 5.3.6 贮气瓶,由两个 20 L 无色细口瓶组成;
- 5.3.7 两通玻璃活塞;
- 5.3.8 真空泵,10 L~30 L。

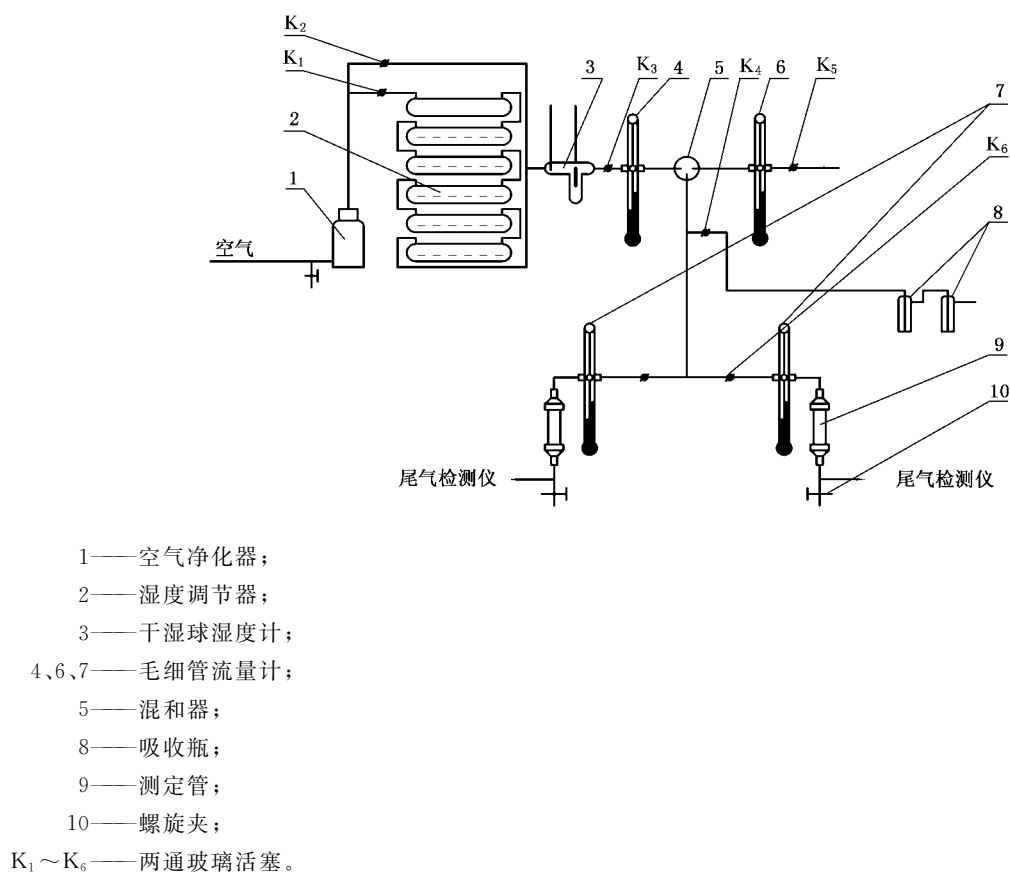
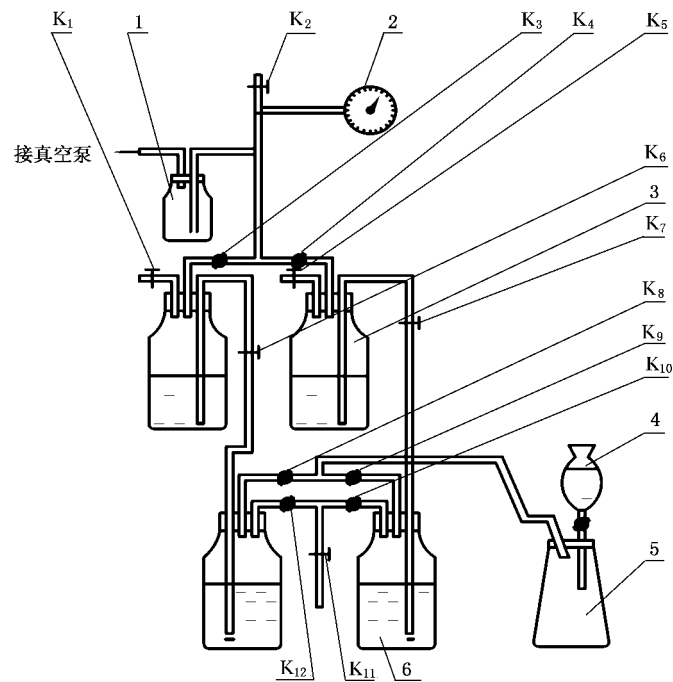


图 2 穿透硫容量测定装置示意



- 1——缓冲瓶；
- 2——真空表；
- 3——贮水瓶；
- 4——分液漏斗；
- 5——硫化氢发生瓶；
- 6——贮气瓶；

K₁~K₁₂——两通玻璃活塞。

图 3 硫化氢发生器示意图

- 5.4 振动器,牙科振动器。
- 5.5 电热恒温干燥箱,0℃~300℃。
- 5.6 干燥器,内装无水氯化钙或变色硅胶。
- 5.7 计时器,分度值 0.1 s。
- 5.8 天平,感量 0.1 g、感量 0.001 g 各一台。
- 5.9 硫化氢尾气检测仪,检测出体积分数为 50×10^{-6} 的硫化氢瞬间穿透浓度,建议用气相色谱仪(火焰光度检测器)。

6 测定条件

6.1 饱和硫容量的测定条件

- 6.1.1 试验气流的温度为 17℃~25℃；
- 6.1.2 水浴温度为 20℃~25℃；
- 6.1.3 气流相对湿度为 90%±5%；
- 6.1.4 气流比速为 0.25 L/(min·cm²)；
- 6.1.5 炭层高度为 5 mm；
- 6.1.6 试验时的载气为煤气或氮气；
- 6.1.7 硫化氢的质量浓度为 5 mg/L±0.5 mg/L；

- 6.1.8 氨气的质量浓度为 0.2 mg/L~0.3 mg/L;
- 6.1.9 氧气的体积分数为 0.6%~1.0%。
- 6.2 穿透硫容量的测定条件
- 6.2.1 试验气流温度为 23 ℃±4 ℃;
- 6.2.2 气流相对湿度为 80%±2%;
- 6.2.3 混合气流比速为 0.544 L/(min·cm²);
- 6.2.4 混合气流中硫化氢的初始质量浓度为 15.2 mg/L±1.5 mg/L;
- 6.2.5 炭层高度为 230 mm;
- 6.2.6 硫化氢穿透浓度为 50×10⁻⁶。

7 试样的制备

7.1 饱和硫容量

用四分法取约 15 g 试样,破碎后筛选粒度为 1.5 mm~2.0 mm 的试样,将试样置于 150 ℃±5 ℃ 的电热恒温干燥箱内干燥 2 h,取出放入干燥器中冷却备用。

7.2 穿透硫容量

用四分法取约 200 g 试样,将试样置于 150 ℃±5 ℃ 的电热恒温干燥箱内干燥 2 h,取出放入干燥器中冷却备用。

8 测定准备

8.1 安装仪器

按示意图(图 1、图 2、图 3)用胶管和玻璃管将仪器各部件顺次连接。

8.2 气密检查

- 8.2.1 仪器连接好后进行气密检查,检查合格后方能使用。
- 8.2.2 气密检查时在活塞 K₂(图 1)处连接压力表,关闭所有通大气的活塞。缓慢地通入压缩空气,使整个仪器内达到压力 13.3 kPa(表压),关闭 K₁,观察压力变化情况,若 1 min 内压力下降不超过 0.26 kPa,则为气密合格。否则应检查原因,并对不气密的部件进行处理。

8.3 空气流量

空气流量的控制按 GB/T 7702.10—2008 中 9.3 的规定。

8.4 空气流湿度

空气流湿度的控制按 GB/T 7702.10—2008 中附录 A 的规定。

8.5 硫化氢初始质量浓度的测定

将 50 mL 质量浓度为 2% 的醋酸锌溶液注入两个串联的吸收瓶中,通气 20 min 后取下吸收瓶,将吸收瓶中的溶液吹洗至 200 mL 的锥形瓶中,加入过量的碘标准溶液(40.00 mL 以上),以淀粉作指示剂用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定过量的碘。

硫化氢初始质量浓度以 ρ_0 计,数值以毫克每升(mg/L)表示,按式(1)计算:

$$\rho_0 = \frac{(c_1 V_1 - c_2 V_2) \times M}{q_v \times t} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- c_1 ——碘标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_1 ——加入吸收液中碘标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- c_2 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_2 ——滴定消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- M ——硫化氢摩尔质量的数值[$M \frac{1}{2}(\text{H}_2\text{S}) = 17.04 \text{ g/mol}$],单位为克每摩尔(g/mol);

q_v ——通入吸收瓶中混合气体流量的数值,单位为升每分(L/min);

t ——混合气体通入吸收瓶中时间的数值,单位分(min)。

8.6 氨气初始质量浓度的测定

测定氨气初始质量浓度时,关闭硫化氢,将 20.00 mL 质量浓度为 0.02 mol/L 的硫酸标准溶液注入两个串联的吸收瓶中,用以吸收混合气体中的氨气。通气 20 min 后用质量浓度为 0.02 mol/L 的氢氧化钠标准滴定溶液滴定,以甲基橙作指示剂中和过量的酸。

氨气初始质量浓度以 ρ_1 计,数值以毫克每升(mg/L)表示,按式(2)计算:

$$\rho_1 = \frac{(c_3 V_3 - c_4 V_4) \times M}{q_v \times t} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c_3 ——硫酸标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_3 ——硫酸标准溶液(吸收液)体积的数值,单位为毫升(mL);

c_4 ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_4 ——滴定消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

M ——氨摩尔质量的数值[$M(\text{NH}_3) = 17.03 \text{ g/mol}$],单位为克每摩尔(g/mol);

q_v ——通入吸收瓶中混合气体流量的数值,单位为升每分(L/min);

t ——混合气体通入吸收瓶中时间的数值,单位为分(min)。

8.7 氧含量

按氧气体积占空气体积的 20% 计算。

8.8 装填测定管

8.8.1 饱和硫容量

8.8.1.1 将测定管垂直于振动器台面上,开启振动器。

8.8.1.2 将试料装入测定管,振实,炭层高度为 5 mm。

8.8.2 穿透硫容量

8.8.2.1 称量测定管,精确至 0.1 g。

8.8.2.2 将测定管垂直于振动器的台面上,开启振动器。

8.8.2.3 将试料加入测定管中,振实,试料层高度为 230 mm。

8.8.2.4 将测定管在 13.3 kPa 的压力下进行气密性检查,1 min 内压力下降不超过 0.26 kPa 为气密合格,否则应检查原因并进行处理。

9 测定步骤

9.1 饱和硫容量

9.1.1 称量已装填好的测定管(精确至 0.002 g),计算试料质量。在炭层上盖一层玻璃棉,塞上测定管胶塞。放入恒温水浴的套管内,连接至硫容量测定仪。

9.1.2 打开氮气(或煤气),用活塞 K_4 、流量计 G_4 调节流量至预先测定好的位置,通入氨气、氧气(空气)及硫化氢气体,分别调节 K_3 、 K_1 、 K_5 、和 G_3 、 G_1 、 G_6 的流量。

9.1.3 通气 20 h 后取下测定管,塞上胶塞后称量。称量后根据吸附量大小确定第二次称量时间。

9.1.4 当吸附接近饱和时,每隔 3 h 称量测定管一次,直至饱和(两次称量质量差不大于 0.002 g 时为止)。

9.1.5 试验完毕后将饱和的测定管置于 $100 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热恒温干燥箱中干燥 3 h 后取出,冷却后称量(精确至 0.000 2 g),得到测定管在试验后的质量,据此计算吸附量。

9.2 穿透硫容量

9.2.1 称量已装填好的测定管(精确至 0.1 g),计算试料质量。在炭层上盖一层玻璃棉,塞上测定管

胶塞。

9.2.2 将测定管连接至穿透硫容量测定仪中,通入空气,按 8.3、8.4 调节空气流量及湿度。

9.2.3 通入硫化氢,同时启动计时器,连续通入一定浓度的硫化氢混合气体。用硫化氢尾气检测仪测定透过浓度,直至透过试料层的硫化氢浓度达到体积分数为 50×10^{-6} 为止,该段时间为试料在此试验条件下硫化氢的穿透时间。

10 测定结果的计算

10.1 饱和硫容量结果计算

饱和硫容量以 w_1 计,数值以毫克每克(mg/g)表示,按式(3)计算

$$w_1 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 1\,000 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- m_1 ——试验后测定管干燥质量的数值,单位为克(g);
- m_0 ——试验前测定管干燥质量的数值,单位为克(g);
- m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

10.2 穿透硫容量的计算

穿透硫容量以 w_2 计,数值以毫克每克(mg/g)表示,按式(4)计算:

$$w_2 = \frac{\rho_0 q_v t_b}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- ρ_0 ——混合气流中硫化氢原始浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);
- q_v ——通过测定管混合气体流量的数值,单位为升每分(L/min);
- t_b ——硫化氢达到体积分数为 50×10^{-6} 穿透时间的数值,单位为分(min);
- m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

10.3 每个样品做两份试料的平行测定,结果以算术平均值表示,计算结果精确至整数位。

10.4 两次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几个方面的内容:

- a) 试样编号;
 - b) 使用的标准;
 - 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。
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
煤质颗粒活性炭试验方法
硫容量的测定

GB/T 7702.14—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字
2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-35865

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 7702.14—2008