

中华人民共和国国家标准

GB/T 7702.10—2008
代替 GB/T 7702.10~7702.12—1997

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

Test method for granular activated carbon from coal—
Determination of service life against benzene and chloroethane vapors

2008-04-10 发布

2008-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

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 比表面积的测定。

本部分为 GB/T 7702 的第 10 部分。

本部分代替 GB/T 7702.10—1997《煤质颗粒活性炭试验方法 防护时间的测定》、GB/T 7702.11—1997《煤质颗粒活性炭试验方法 苯蒸气防护时间的测定》、GB/T 7702.12—1997《煤质颗粒活性炭试验方法 氯乙烷蒸气防护时间的测定》。

本部分与 GB/T 7702.10～7702.12—1997 相比，主要差异如下：

- 将 GB/T 7702.10—1997、GB/T 7702.11—1997、GB/T 7702.12—1997 整合为 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》；
- 对示意图进行了调整，补充了氯乙烷蒸气防护时间测定时流量计及钢瓶连接示意图；
- 规定了将试验温度下对苯蒸气、氯乙烷蒸气防护时间换算为标准温度(20℃)下的防护时间；
- 增加了苯及氯乙烷试剂的注意事项；
- 增加第3章“术语和定义”。

本部分的附录 A 为规范性附录。

本标准由中国兵器工业集团公司提出并归口。

本标准起草单位：山西新华化工有限责任公司。

本标准主要起草人：韩冲云、高桂珍、元以栋、迟广秀、张旭、赵继军、张金凤。

本标准所代替标准历次版本发布情况为：

- GB 7702.10～7702.12—1987；
- GB/T 7702.10～7702.12—1997。

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

1 范围

本部分规定了煤质颗粒活性炭在规定条件下对苯蒸气、氯乙烷蒸气防护时间测定的原理、仪器装置、测定准备、测定步骤和结果计算等内容。

本部分适用于煤质颗粒活性炭对苯蒸气、氯乙烷蒸气防护时间的测定,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(不包含勘误的内容)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 690—1992 化学试剂 苯(neq ISO 6353-3:1987 R 48)

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 术语和定义

下列术语和定义适用于 GB/T 7702 的本部分。

3.1

苯蒸气防护时间 protection time against benzene vapor

在规定的试验条件下,从通入含有苯蒸气的空气流到苯蒸气透过活性炭层的时间。

3.2

氯乙烷蒸气防护时间 protection time against chloroethane vapor

在规定的试验条件下,从通入含有氯乙烷蒸气的空气流到氯乙烷蒸气透过活性炭层的时间。

4 原理

4.1 苯蒸气防护时间测定原理

在规定的试验条件下,将含有一定苯蒸气浓度的空气流连续的通过试料层,直至苯蒸气透过,使指示液变成淡黄色为止,这段时间作为活性炭对苯蒸气的防护时间。

4.2 氯乙烷蒸气防护时间测定原理

在规定的试验条件下,将含有一定氯乙烷蒸气浓度的空气流连续的通过试料层,直至氯乙烷蒸气透过指示液出现白色混浊为止,这段时间作为活性炭对氯乙烷蒸气的防护时间。

5 试剂和材料

5.1 苯,GB/T 690—1992,分析纯。

警告——苯的毒性很大,对中枢神经、血液的作用极强,在低浓度时(0.005 2 mg/L)也能引起慢性中毒。因此,凡进行苯蒸气的试验时,应在打开排风的通风柜内进行操作,必须严格遵守技安规则。

5.2 精制氯乙烷

精制氯乙烷应符合下列技术要求：

- a) 外观无色透明；
- b) 氯乙烷质量分数不小于 99.5%；
- c) 氯甲烷质量分数不大于 0.3%。

警告——氯乙烷是一种麻醉剂，工作场所最高允许浓度为 2.6 mg/L。因此，凡进行氯乙烷蒸气试验时，应在打开排风的通风柜内进行操作，必须严格遵守技安规则。

5.3 亚硝酸钠溶液，称取 2 g 经 105℃~110℃干燥 2 h 的亚硝酸钠溶于 100 mL 硫酸中，混均（只限当天使用，配制时须使用干燥器皿）。

5.4 硝酸银溶液，称取 0.5 g 硝酸银稀释至 100 mL。

6 仪器和设备

6.1 防护时间测定仪，防护时间测定仪见图 1（根据工作需要，防护时间测定仪可以安装两支、四支、六支或八支测定管）。

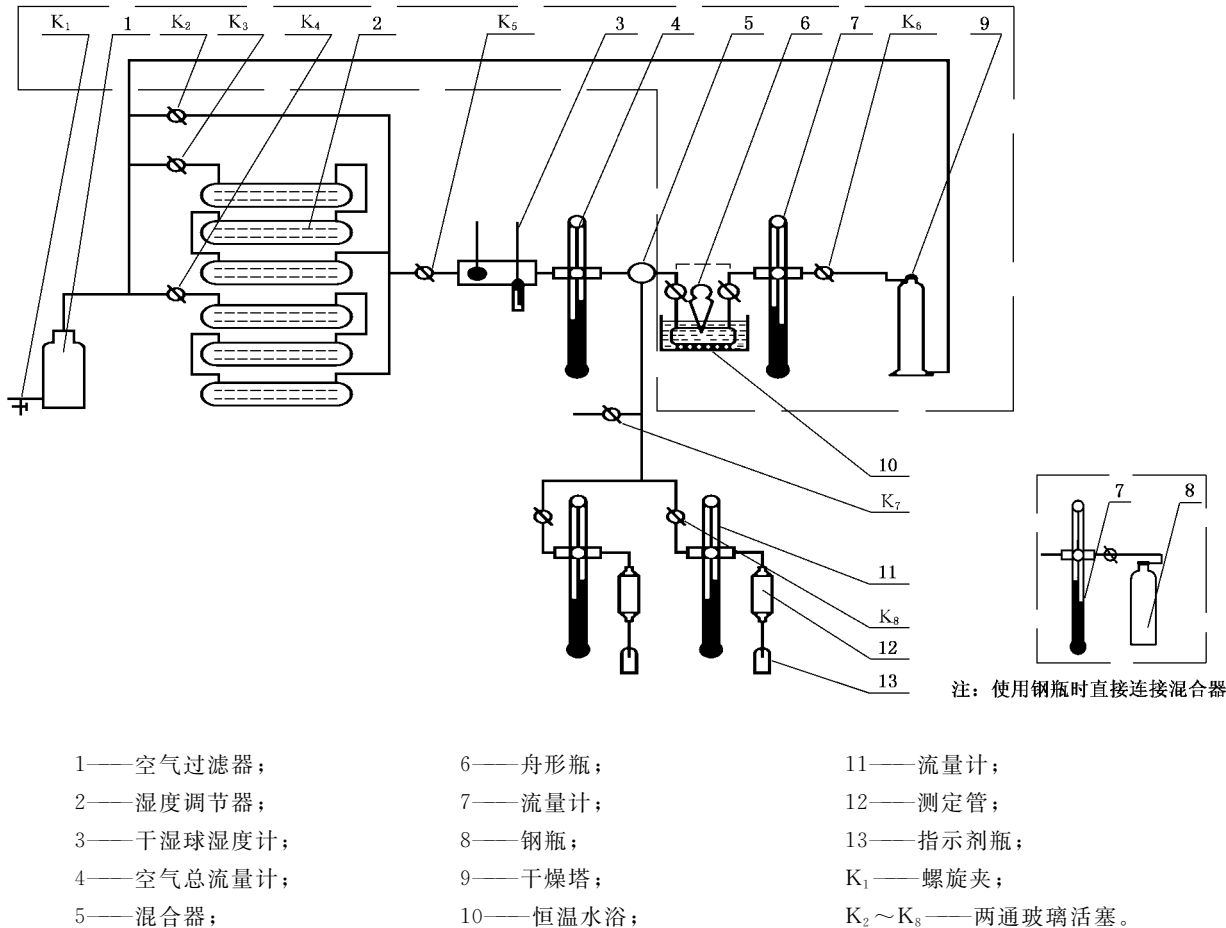


图 1 防护时间测定仪示意图

防护时间测定仪由以下部件组成：

- a) 空气过滤器，内装活性炭和脱脂棉。
- b) 湿度调节器，由两组各三个串联的玻璃管组成，一组装浓硫酸，一组装水。

- c) 干湿球湿度计,按附录 A 的规定。
- d) 混合器。
- e) 流量计,按 WJ 2281 的规定进行检定。
- f) 舟形瓶,用于发生苯蒸气,应在 13.3 kPa 压力下保持致密。
- g) 钢瓶,用于储存氯乙烷。

钢瓶应符合下列技术要求:

- 1) 钢瓶用碳钢或不锈钢制成;
- 2) 钢瓶应致密,将钢瓶密闭充气,使钢瓶内压力达到 0.2 MPa 后,作水下检查应无漏气现象。

- h) 测定管,按 WJ 2285 的规定进行检定。
- i) 指示剂瓶。
- j) 玻璃两通活塞,应在 13.3 kPa 压力下不漏气。
- k) 干燥塔,内装变色硅胶或无水氯化钙。

6.2 振动器。

6.3 秒表,分度值 0.1 s。

6.4 电热恒温干燥箱 $0^{\circ}\text{C}\sim 300^{\circ}\text{C}$ 。

6.5 干燥器,内装变色硅胶或无水氯化钙。

6.6 压力表,0 kPa~30 kPa。

6.7 工业精密天平,感量 0.01 g。

6.8 分析天平,感量 0.000 1 g。

6.9 高温管式炉,炉膛长 200 mm 以上,控制温度为 $850^{\circ}\text{C}\pm 20^{\circ}\text{C}$,炉膛内置内径 5 mm~6 mm 的瓷管。

6.10 量筒,20 mL。

7 试验条件

7.1 试验气流温度, $15^{\circ}\text{C}\sim 30^{\circ}\text{C}$,试验结果修正到 20°C 。

7.2 试验气流相对湿度, $50\%\pm 2\%$ 。

7.3 通过炭层的气流比速, $(0.5\pm 0.01)\text{ L}/(\text{min}\cdot\text{cm}^2)$ 。

7.4 炭层高度 $5.0\text{ cm}\pm 0.1\text{ cm}$ 。

7.5 气流中有机蒸气的浓度,苯蒸气浓度为 $18\text{ mg/L}\pm 1.0\text{ mg/L}$;氯乙烷蒸气浓度为 $5\text{ mg/L}\pm 0.5\text{ mg/L}$ 。

8 试样的制备

对所送样品用四分法取出试样,将试样置于 $150^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ 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(试样水分不大于 1%不需干燥)。

9 测定准备

9.1 安装仪器

按图 1 用胶管和玻璃管将仪器各部件顺次连接。

9.2 气密检查

仪器安装好后,应进行气密检查,合格后方能使用。气密检查时在活塞 K_7 处接上压力表,关闭所有通大气的活塞。缓慢地通入压缩空气(或用双连球打气),使整个仪器内达到 13.3 kPa 压力,关闭 K_1 ,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。

9.3 空气流量的控制

测定管的截面积为 S , 通过该测定管的空气流量以 q_v 计, 数值以升每分 (L/min) 表示, 按公式 (1) 计算:

$$q_v = 0.5 S \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

S ——测定管截面积的数值, 单位为平方厘米 (cm²);

0.5——比速的数值, 单位为升每分平方厘米 [L/(min · cm²)].

从流量计的校正曲线可以查出在该流量下对应的压差液柱高度, 以此压差高度控制该测定管的流量。由于每支测定管的截面积不同, 均需按上式分别计算流量。

9.4 混合空气流温度的测定

干湿球湿度计中的干球温度即为混合气流的温度。

9.5 混合空气流湿度的控制

根据干湿球湿度计的干、湿球温度进行控制。由于各地区大气压力不一致, 可根据附录 A 中公式进行计算。

9.6 混合空气流中有机物蒸气浓度的测定

试验前应对混合气流中有机物蒸气浓度进行测定, 以保证试验时浓度控制在规定的范围内。

9.6.1 苯蒸气浓度的测定

根据试验前后舟形瓶苯试剂的挥发量计算, 此方法也适用于常温下其他液态有机物试剂。

在试验开始前, 先称量装有液态苯试剂的舟形瓶的质量 (精确至 0.01 g), 称量时, 舟形瓶活塞应完全关闭, 外壁需用干布仔细擦干。称量后接上仪器进行试验, 试验结束时记下通气时间, 关闭舟形瓶活塞, 重新用干布擦干舟形瓶外壁再次称量。

苯蒸气浓度以 ρ_1 计, 数值以毫克每升 (mg/L) 表示, 按公式 (2) 计算:

$$\rho_1 = \frac{m_1 - m_2}{q_v t} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——试验前舟形瓶质量的数值, 单位为克 (g);

m_2 ——试验后舟形瓶质量的数值, 单位为克 (g);

q_v ——试验时混合气流流量的数值, 单位为升每分 (L/min);

t ——舟形瓶自开启到关闭的总时间的数值, 单位为分 (min)。

9.6.2 氯乙烷蒸气浓度的测定

9.6.2.1 用活性炭吸附法测定混合气流中氯乙烷蒸气的浓度。

9.6.2.2 在活塞 K_7 处连接 1.5 L/min 流量计, 串联两个装有无水氯化钙的干燥管, 干燥剂高度约为 80 mm。然后连接一个紧密装填活性炭 (150℃ ± 5℃ 干燥 2 h) 的测浓管, 管内活性炭高度应不小于 70 mm。

9.6.2.3 试验前, 先从干燥管引入干燥过的空气, 对装有干燥活性炭的测浓管进行平衡, 平衡时空气流量为 1.5 L/min, 3 h 后称量, 再继续平衡, 至 20 min 内测浓管增重不超过 5 mg 视为平衡, 然后称量, 精确至 0.000 1 g。

9.6.2.4 试验时将平衡好的测浓管安装在仪器上进行试验, 试验中混合空气以 1.5 L/min 的流量通过干燥管和测浓管, 此时氯乙烷蒸气在透过活性炭以前均被活性炭全部吸附。试验结束后再称量测浓管, 根据测浓管的增重及试验时间, 计算混合气流中氯乙烷蒸气的浓度。

氯乙烷蒸气浓度以 ρ_2 计, 数值以毫克每升 (mg/L) 表示, 按公式 (3) 计算:

$$\rho_2 = \frac{m_3 - m_4}{1.5t_1} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_3 ——吸收氯乙烷蒸气后测浓管质量的数值，单位为克(g)；

m_4 ——吸收氯乙烷蒸气前测浓管质量的数值，单位为克(g)；

1.5——通过测浓管混合空气流量的数值，单位为升每分(L/min)；

t_1 ——混合空气通过测浓管时间的数值，单位为分(min)。

注：当第一支干燥管中干燥剂有 40 mm 高度受潮时，应更换干燥剂。

9.7 装填测定管

9.7.1 将测定管垂直于振动器的台面上，将试料小心加入测定管中，试料层高度应略高于 5 cm；放入不锈钢重锤（尺寸大小与筛体相同，顶端有小柄的实心圆柱）。

9.7.2 启动振动器，调节振幅使不锈钢重锤在测定管中作缓慢振动，同时观察炭层下降情况，直至炭层不再下降时停止振动；检查不锈钢重锤上沿与测定管管体上沿是否平齐，不平齐时应调节试料量再振动，直到平齐时为止。

9.7.3 取出不锈钢重锤，放入筛体，盖上并拧紧测定管帽（玻璃测定管不需要加筛体，只需在测定管磨口处涂上凡士林，盖上管盖即可装入仪器）。

9.7.4 测定管装填后，用压力表进行气密性检查，测定管在 13.3 kPa 的压力下，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，并对不气密的部位进行处理。

10 测定步骤

10.1 苯蒸气防护时间

10.1.1 用量筒量取 20 mL 亚硝酸钠溶液放入指示剂瓶中。

10.1.2 将装好试料的测定管及装有指示剂的指示剂瓶接入仪器，关闭 K_6 、 K_7 。

10.1.3 开启压缩空气阀门，用 K_1 调节气流总流量，用 K_2 、 K_3 和 K_4 调节湿度，用 K_8 调节进入测定管的空气流量。

10.1.4 开启舟形瓶活塞并慢慢开启活塞 K_6 ，调节苯蒸气流量计至预先测定好的位置。开启活塞 K_6 的同时撤动秒表，即为试验开始的时间。

10.1.5 每次试验时都进行苯蒸气浓度的测定，浓度在规定范围内试验有效，超过规定范围应重新确定流量计压差。

10.1.6 试验过程中应保持试验条件规定的温度、湿度、流量稳定在规定的范围内。

10.1.7 当苯蒸气透过使指示液变成淡黄色时记下时间，该时间即为试料在试验条件下的防护时间 t_i 。

10.1.8 待各指示瓶中指示剂变为淡黄色时，试验结束，关闭活塞 K_6 和舟形瓶活塞。

10.1.9 试验结束后，用干净空气吹洗仪器管道 10 min 以上。

10.2 氯乙烷蒸气防护时间

10.2.1 用量筒量取 20 mL 硝酸银溶液放入指示剂瓶中。

10.2.2 将装好试料的测定管接入仪器，测定管的出口与高温管式炉的瓷管连接，瓷管的另一端连接装有硝酸银溶液的指示瓶，关闭 K_6 、 K_7 。

10.2.3 开启压缩空气阀门，用 K_1 调节气流总流量，用 K_2 、 K_3 和 K_4 调节湿度，用 K_8 调节进入测定管的空气流量。

10.2.4 开启氯乙烷钢瓶阀门，并缓慢开启活塞 K_6 ，调节氯乙烷蒸气流量计至预先测定好的位置。开启活塞 K_6 的同时撤动秒表，即为试验开始的时间。

10.2.5 每次试验时都进行氯乙烷蒸气浓度的测定，浓度在规定范围内试验有效，超过规定范围应重新

确定流量计压差。

10.2.6 进行氯乙烷试验的同时,缓慢开启 K_7 使混合气流以 1.5 L/min 的流量通过测浓管,试验结束后称量并计算浓度。

10.2.7 试验过程中应保持试验条件规定的温度、湿度、流量稳定在规定的范围内。

10.2.8 当氯乙烷蒸气透过使指示液出现白色混浊时记下时间,该时间即为试料在试验条件下的防护时间 t_i 。

10.2.9 待各指示瓶中指示剂变为白色混浊时,试验结束,关闭活塞 K_7 和毒剂钢瓶阀门,然后关闭活塞 K_6 。

10.2.10 在进行氯乙烷防护时间测定后,吹洗时应安上装有活性炭的测定管,以保证安装在测定管后的高温管式炉内的瓷管得到清洗,吹洗时间应保持 10 min 以上(吹洗用测定管内的活性炭,在使用四次~五次后应更换)。

11 结果计算

11.1 标准浓度下防护时间

标准浓度下的防护时间以 t 计,数值以分(min)表示,按公式(4)计算标准浓度(苯蒸气为 18 mg/L;氯乙烷蒸气为 5 mg/L)的防护时间:

$$t = \frac{t_i \rho_i}{\rho_0} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

t_i ——试验浓度下测得防护时间的数值,单位为分(min);

ρ_i ——试验时测得苯或氯乙烷蒸气浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_0 ——标准浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L)。

11.2 温度修正

温度对活性炭苯蒸气、氯乙烷蒸气防护时间的测定有较大影响,故需将试验温度下的防护时间换算为标准温度(20℃)下的防护时间。

11.2.1 20℃防护时间以 t_{20} 计,数值以分(min)表示,苯蒸气防护时间试验温度在 15℃~30℃范围内,其结果按公式(5)计算:

$$t_{20} = t_\theta [1 + k(\theta - 20)] \dots\dots\dots (5)$$

式中:

t_θ ——温度 θ ℃时防护时间的数值,单位为分(min);

k ——温度修正系数,数值为 0.014,单位为负一次方摄氏度(℃⁻¹);

θ ——试验温度的数值,单位为摄氏度(℃)。

11.2.2 20℃防护时间以 t_{20} 计,数值以分(min)表示,氯乙烷蒸气防护时间试验温度在 15℃~30℃范围内,其结果按公式(6)计算:

$$t_{20} = t_\theta + k(\theta - 20) \dots\dots\dots (6)$$

式中:

t_θ ——温度 θ ℃时防护时间的数值,单位为分(min);

k ——温度修正系数,数值为 0.8,单位为分每摄氏度(min/℃);

θ ——试验温度的数值,单位为摄氏度(℃)。

12 精密度

每个样品进行两份试样的平行测定,测定结果的相对误差应不大于 10%,测定结果的差值如大于

10%，则重新进行试验。结果以算术平均值表示，精确至整数位。

13 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。

附 录 A
(规范性附录)
干湿球湿度计及使用方法

A.1 范围

本附录规定了煤质颗粒活性炭防护时间测定仪中干湿球湿度计工作的基本原理、技术要求、相对湿度的计算及湿度表使用方法等内容。

本附录适用于煤质颗粒活性炭防护时间测定中气流湿度的测定,也适用于其他颗粒活性炭和浸渍活性炭防护时间测定中气流湿度的测定。

A.2 原理

当气流通过湿度计时,由于湿球周围水分蒸发吸热而造成湿球温度与干球温度有一定差值,该差值与气流湿度有关。因此,通过测定干、湿球温度差可间接测得气流中的湿度。

A.3 气流相对湿度的计算

由干、湿球湿度计算气流湿度的公式为:

$$P_0 = P_1 - AP(t_0 - t_1) \quad \dots\dots\dots(A.1)$$

式中:

- P_0 ——干球温度下气流中的水蒸气压力的数值,单位为帕(Pa);
- P_1 ——湿球温度下饱和水蒸气压力的数值,单位为帕(Pa);
- A ——湿度系数的数值,单位为负一次方摄氏度($^{\circ}\text{C}^{-1}$);
- P ——大气压力的数值,单位为帕(Pa);
- t_0 ——干球温度的数值,单位为摄氏度($^{\circ}\text{C}$);
- t_1 ——湿球温度的数值,单位为摄氏度($^{\circ}\text{C}$)。

当空气线速度 v 小于 1.0 m/s 时, A 值可采用表 A.1 的数值。

表 A.1 A 的取值

$v/(\text{m/s})$	0.13	0.20	0.30	0.40	0.80
$A/^{\circ}\text{C}^{-1}$	1.3×10^{-3}	1.1×10^{-3}	1.0×10^{-3}	0.9×10^{-3}	0.8×10^{-3}

气流中的相对湿度以 U 表示,数值以 % 表示,按公式(A.2)计算:

$$U = \frac{P_0}{P_2} \quad \dots\dots\dots(A.2)$$

式中:

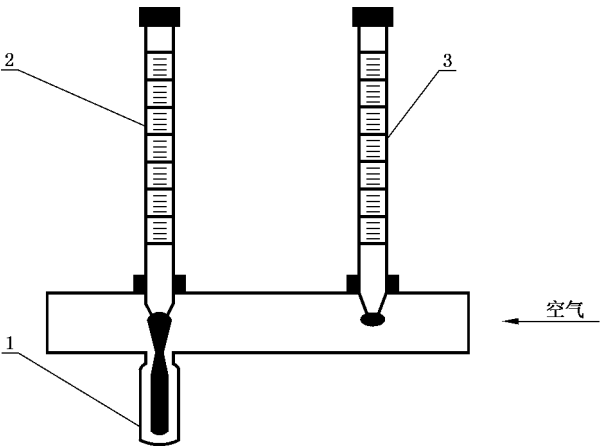
- P_0 ——同式(A.1);
- P_2 ——干球温度下饱和水蒸气压的数值,单位为帕(Pa)。

A.4 要求

A.4.1 湿度计中的干、湿球温度计应采用两支经过检定的气象用内标温度计(分度值为 0.2°C),其刻度范围为 $0^{\circ}\text{C} \sim 50^{\circ}\text{C}$ 。

A.4.2 湿度计槽由玻璃吹制,所有熔接处不允许漏气。测定煤质颗粒活性炭防护时间用湿度计槽的断面内径为 $18 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm}$ 。

- A.4.3 湿球温度计的水银球上缠有 $5/4$ 圈~ $3/2$ 圈、长 6 cm~7 cm 的细纱布,纱布预先在质量分数为 0.5% 的碳酸氢钠溶液中煮沸 15 min 作脱脂处理,洗净、晾干后其吸水速度在 15 min 内应大于 7 cm~8 cm。
- A.4.4 装配好的湿度计见图 A.1。水槽内水位应保持在 $1/2$ ~ $3/4$ 水槽高度,使用时气流方向应先经干球再到湿球。



- 1——水槽；
2——湿球温度计；
3——干湿球温度计。

图 A.1 湿度计

- A.4.5 湿度计槽上的温度计插孔及橡皮塞都应保证致密,干、湿球温度计的水银球应置于湿度计槽的中央。
- A.5 湿度表的使用方法

根据当地的大气压力及通过湿度计的气体流量,计算并绘制相应的湿度表,按已知的干球温度及规定的相对湿度即可查出在该相对湿度下的湿球温度值。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
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 7702.10—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

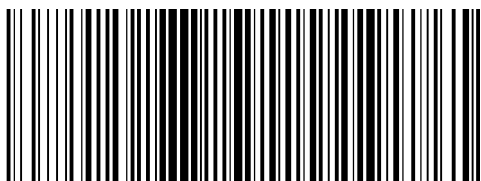
*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 19 千字
2008年6月第一版 2008年6月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-31517

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 7702.10-2008