

ISC 73.040
D 20
备案号: 34125—2012

MT

中华人民共和国煤炭行业标准

MT/T 1155—2011

颗粒活性炭半脱氯值的测定方法

Determination of Dechlorination Half-Value length of
granular activated carbon

2011-11-16 发布

2012-05-31 实施

国家安全生产监督管理总局 发布

前 言

本标准参照 DIN19603 Dechlorination Half-Value length section 第 5.7 部分编写。由于该德国标准 5.7 部分比较简单,不符合中国标准的书写要求,因此本标准在原德国标准的基础上增加了如下内容:方法提要、含氯水溶液的配制方法、所用到试剂的规格、所用到溶液的配制及标定。

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、梁大明。

本标准为首次发布。

颗粒活性炭半脱氯值的测定方法

1 范围

本标准规定了测定煤基颗粒活性炭半脱氯值所用的试样、仪器设备、测定步骤、结果表达和方法的精密度。

本标准适用于煤基颗粒活性炭,包括使用过的活性炭和再生炭,也适用于果壳炭。

2 方法提要

一定浓度的含氯水溶液,以规定的流速通过规定体积的活性炭层,取 29 min~30 min 的流过活性炭层的水样,测水中氯的含量,并计算活性炭的半脱氯值。

3 试剂及溶液

3.1 盐酸, HCl, GB 622, 分析纯。

3.2 可溶性淀粉, HGB 3095, 指示剂。

淀粉指示剂:溶解 1 g 淀粉到 100 mL 蒸馏水中,煮沸后放凉备用。

3.3 碘化钾, KI, GB 1272, 分析纯。

10%的碘化钾溶液:称取碘化钾 10 g,转移到 250 mL 的锥形瓶中,加入 100 mL 的蒸馏水溶解。

3.4 三级水, GB 6682。

3.5 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), GB 601, 分析纯。

0.1 mol/L 硫代硫酸钠溶液的配制:称取 26 g 硫代硫酸钠(或 16 g 无水硫代硫酸钠)溶于 1 000 mL 蒸馏水中,温火煮沸 10 min,冷却到室温,转移到 1 000 mL 的容量瓶中,放置 1 d 后标定。

硫代硫酸钠溶液的标定:称取于(120±5)℃电热恒温干燥箱中烘干到恒重的基准重铬酸钾 0.1 g,称准到 0.2 mg,放入碘量瓶中,加入 20 mL 蒸馏水溶解,加 2 g 碘化钾及 1 mL 浓盐酸,摇匀,于暗处放置 10 min,加约 50 mL 蒸馏水,用 0.1 mol/L 硫代硫酸钠溶液滴定,近终点时,加入 0.5 mL 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。

硫代硫酸钠溶液浓度按式(1)计算:

$$N = \frac{M}{(V_1 - V_2) \times 0.04903} \quad \dots\dots\dots(1)$$

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);

V_1 ——硫代硫酸钠溶液的用量,单位为毫升(mL);

V_2 ——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。

0.01 mol/L 硫代硫酸钠溶液的配制:取上述标定好的硫代硫酸钠溶液 100 mL,转移到 1 000 mL 的容量瓶中,稀释到刻度。

3.6 次氯酸钠溶液, NaClO, GB 19106。

次氯酸钠试验液:次氯酸钠溶液中的氯因长期放置时会从液体中逸出,所以试剂瓶中的次氯酸钠溶液在使用前要标定一次,按照标定的浓度计算出应取出的量,配成含有有效氯浓度为(5.0±0.5) mg/L的次氯酸钠溶液>25 L。

次氯酸钠试剂瓶中有有效氯浓度的标定:次氯酸钠试剂瓶中一般含有有效氯7%~10%,取一个500 mL的带塞磨口锥形瓶,加入约200 mL的蒸馏水,从试剂瓶中取出1 mL的液体,转移到上述锥形瓶中,用浓度为0.01 mol/L硫代硫酸钠溶液标定,当溶液颜色变浅时,加入淀粉指示剂1 mL,继续滴定到溶液由蓝变白,记下消耗硫代硫酸钠溶液的体积。次氯酸钠试剂瓶中有有效氯浓度按式(2)计算。

$$C=0.355 \times V \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

C ——次氯酸钠溶液中有有效氯的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

0.355——1 mL 0.01 mol/L的硫代硫酸钠溶液相当于0.355 mg的氯;

V ——滴定中消耗的硫代硫酸钠溶液的体积,单位为毫升(mL)。

次氯酸钠试验液中有有效氯浓度的标定:取次氯酸钠试验液200 mL,转移到500 mL的带塞磨口锥形瓶中,加入10%的碘化钾溶液10 mL,加入1 mL的浓盐酸,加入1%的淀粉溶液1 mL,用0.01 mol/L的硫代硫酸钠溶液滴定,当溶液由蓝变白时,结束滴定,并记下消耗的硫代硫酸钠溶液的体积。次氯酸钠试验液中有有效氯浓度按式(3)计算

$$C=0.355 \times V \times 5 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

C ——次氯酸钠溶液的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

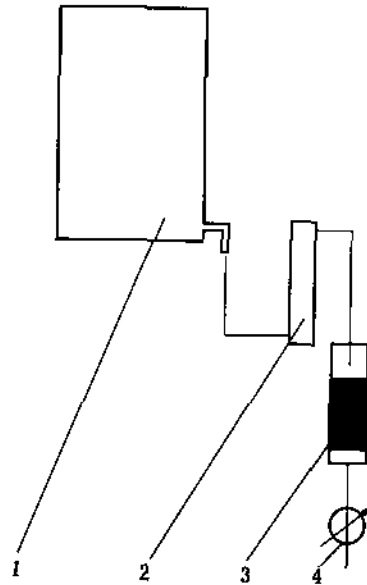
0.355——1 mL 0.01 mol/L的硫代硫酸钠溶液相当于0.355 mg的氯;

V ——滴定中消耗的硫代硫酸钠溶液的体积,单位为毫升(mL)。

次氯酸钠试验液中有有效氯浓度的调整:配好的次氯酸钠试验液中有有效氯的浓度应在(5.0±0.5) mg/L以内,如果不在这个范围,应通过加蒸馏水或是加次氯酸钠试剂的方法调整它的浓度,以使其在这一范围之内。

4 仪器设备

4.1 半脱氯值的试验装置如图1所示。



说明：
 1—储水箱；
 2—流量计；
 3—测试管；
 4—止水阀。

图 1 活性半脱氯值的试验装置

4.2 试验用测试管如图 2 所示,材质为玻璃,玻璃管底部的支架材质也是玻璃,支架开孔孔径为 1 mm,开孔率 > 30%。

单位为毫米

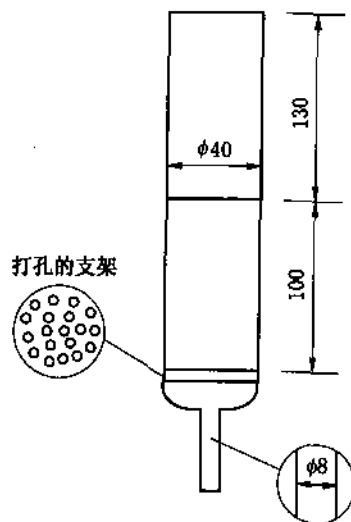


图 2 测试管

5 测定步骤

- 5.1 将样品充分混合,用四分法取出约 200 mL 的试样。也可用二分器(分样器)缩分样品。
- 5.2 将试样放入 1 000 mL 的烧杯中,加入约 200 mL 的蒸馏水,煮沸 5 min 以驱赶活性炭中的气体。

然后放凉备用。

5.3 将放凉后的活性炭放入测试管中,边向测试管中加入活性炭边在橡胶垫上轻敲测试管,炭层高度应加到(10±0.1) cm 的刻线处,当在橡胶垫上轻敲测试管而炭层高度不再变化时,将测试管与装置连好。

5.4 向活性炭中通入次氯酸钠试验液,进水的流量应控制在(756±5) mL/min,同时调整测试管下的止水夹,使次氯酸钠试验液没过活性炭层的上表面,但又不能使次氯酸钠试验液从测试管的上边溢出。

5.5 当次氯酸钠试验液流到第 29 min 时,用一个 1 000 mL 的烧杯接第 29 min~30 min 的流出液。从这一流出液中取出 200 mL 转移到 500 mL 的烧杯中,测定其中的氯含量,测定按 3.6.3 操作,计算按式(3)计算。

5.6 重复 5.1 至 5.5 的步骤再测一份试样。

6 结果计算

6.1 活性炭的半脱氯值按式(4)计算:

$$C = \frac{0.301t}{\lg(u/v)} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

C ——半脱氯值,单位为厘米(cm);

t ——活性炭层的高度,单位为厘米(cm);

u ——进水中氯的含量,单位为毫克每升(mg/L);

v ——出水中氯的含量,单位为毫克每升(mg/L)。

6.2 结果以 2 次测定结果的算术平均值表示,表示到小数点后 1 位。

7 精密度

两次重复测定结果的差值不得超过其算术平均值的 10%。