

ICS 73.040
D 21
备案号:25323—2008

MT

中华人民共和国煤炭行业标准

MT/T 1067—2008

活性炭吸附 H₂S 穿透容量和 穿透时间的测定方法

Determination of H₂S breakthrough capacity and
breakthrough time of activated carbon

2008-11-19 发布

2009-01-01 实施

国家安全生产监督管理总局 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 定义和术语	1
3 方法提要	1
4 试剂和材料	1
5 仪器设备	1
6 测定步骤	2
7 结果计算	3
8 方法的精密度	3
附录 A (规范性附录) 气体中 H ₂ S 浓度的标定	4

前 言

本标准修改采用 ASTM D 6646—2001《测定活性炭吸附 H₂S 穿透容量的试验方法》。

本标准由中国煤炭工业协会科技发展部提出。

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、李书荣、梁大明。

本标准为首次制定。

活性炭吸附 H₂S 穿透容量和 穿透时间的测定方法

1 范围

本标准规定了测定煤质颗粒活性炭吸附 H₂S 穿透容量和穿透时间试验所用的试样、仪器设备、测定步骤、结果表达和方法的精密度。

本标准适用于煤质颗粒活性炭吸附 H₂S 穿透容量和穿透时间的测定,也适用于果壳炭、用过的活性炭和再生炭。

2 定义和术语

下列术语和定义适用于本标准。

2.1

活性炭 activated carbon

具有吸附性能的含碳类物质。

2.2

穿透容量 breakthrough capacity

当含有吸附质的气体通过活性炭床层、床层出口气体吸附质浓度超过了规定值时,单位体积活性炭吸附的吸附质的量称为该活性炭的吸附容量。

2.3

穿透时间 breakthrough time

当含有吸附质的气体通过活性炭床层、床层出口气体吸附质浓度超过了规定值时,试验所需的时间称为该活性炭的穿透时间。

3 方法提要

一定体积的活性炭经增湿后,在规定条件下通入(1±0.05)%的 H₂S 气体。当通入炭层后吸附管的尾气中 H₂S 的浓度达到 50 mL/m³ 时,单位体积活性炭吸附的 H₂S 质量为该活性炭的穿透容量,吸附所需时间为穿透时间。

4 试剂和材料

4.1 氢氧化钠(NaOH)GB/T 629—1997。

4.2 酚酞。

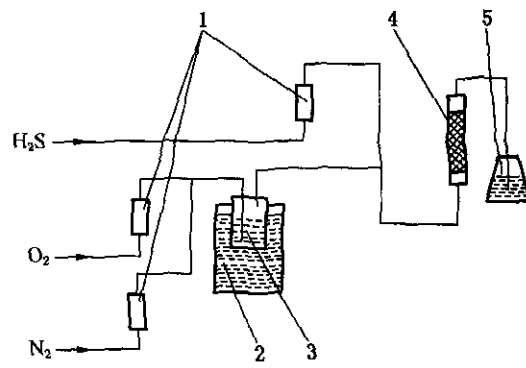
4.3 H₂S 检测管,能检测出 H₂S 浓度为 0 mL/m³~100 mL/m³ 的检测管。

4.4 喷壶,约 300 mL。

5 仪器设备

5.1 测定装置见图 1。

5.2 吸附管:直径约 25 mm,有效容积(116±5)mL,具体尺寸见图 2。此吸附管用于测直径小于等于 2.5 mm 的活性炭。当测定的活性炭直径大于 2.5mm 时,选用的吸附管的直径应是活性炭直径的 10 倍,吸附管打孔的支架开孔率应大于 30%。



- 1—流量计;
- 2—恒温水浴;
- 3—增湿器;
- 4—吸附管;
- 5—装有碱和酚酞指示剂的锥形瓶。

图 1 活性炭吸附 H₂S 穿透容量和穿透时间的装置示意图

单位为毫米

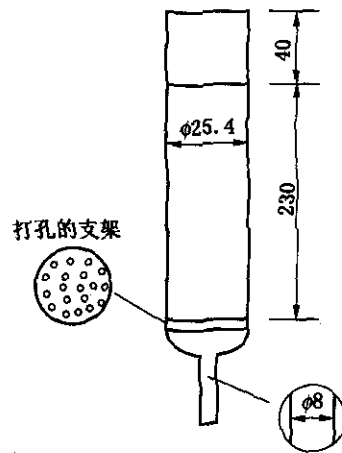


图 2 吸附管

6 测定步骤

6.1 试样及其制备:将样品用四分法取出式样,也可用二分器(分样器)缩分样品。

6.2 样品的增湿:将活性炭放入白磁盘中,用喷壶向活性炭喷入雾状蒸馏水,使其增湿到水分为 5%~7%。

6.3 将增湿过的活性炭装入吸附管中,并将吸附管在橡胶垫上敦实,加到吸附管刻线后继续敦实,直到活性炭体积不再变化,然后将吸附管安装到装置上。

6.4 按化验后的 H₂S 的浓度计算应配入的 O₂、N₂ 和 H₂S 的气量,总气体流量是(1 450±50)mL/min, H₂S 的浓度是(1±0.05)%, O₂ 浓度是 20%,其余为 N₂。调整恒温水浴的温度为(25±2)℃。当气体配好后,向吸附管中通入混合气,把吸附管的尾气引入一个 100 mL 的锥形瓶中,锥形瓶中加入约 50 mL 蒸馏水,加入少许 0.5 mol/L 的氢氧化钠溶液和少许酚酞指示剂,同时记下时间。

6.5 开始试验后每隔 30 min 观察一下锥形瓶的粉红色是否消失,如果粉红色消失,证明有 H₂S 气体穿过,这时应每隔 20 min~30 min 用快速 H₂S 气体检测管检查尾气,直到尾气中 H₂S 气体的浓度为

50 mL/m³,这时停止试验,并记下时间。

6.6 按上述步骤再作一份平行试验。

7 结果计算

7.1 H₂S的穿透容量为:

$$C = \frac{C_Q \times V_Z \times T \times 34}{22.4 \times V_G} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

C——H₂S的穿透容量,单位为克每毫升(g/mL);

C_Q——试验气中 H₂S 的体积百分数,单位为百分数(%);

V_Z——试验气的总流量,单位为毫升每分钟(mL/min);

34——H₂S的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

22.4——标准状况下 H₂S 的摩尔体积,单位为升每摩尔(L/mol);

V_G——吸附管的有效体积,单位为毫升(mL)。

7.2 结果以两次试验的算术平均值表示,穿透容量修约到小数点后三位,穿透时间修约到 min。

8 方法的精密度

两次平行测定结果的差值不得超过其算术平均值的 10%。

附 录 A
(规范性附录)
气体中 H₂S 浓度的标定

A.1 试剂及溶液配制

A.1.1 氢氧化钠(NaOH), GB/T 629

0.5 mol/L 氢氧化钠溶液: 溶解 5 g 氢氧化钠到 250 mL 蒸馏水中。

A.1.2 硫酸(H₂SO₄), GB 625

3 mol/L 硫酸溶液: 溶解 42 mL 浓硫酸 95%~98% 到 250 mL 蒸馏水中。

A.1.3 可溶性淀粉

1% 淀粉溶液: 溶解 1 g 淀粉到 100 mL 蒸馏水中, 煮沸后放凉备用。

A.1.4 硫代硫酸钠(Na₂S₂O₃·5H₂O), GB/T 637

硫代硫酸钠溶液 c(Na₂S₂O₃·5H₂O)=0.1 mol/L: 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。

A.1.4.1 硫代硫酸钠溶液的标定

称取于 120 °C 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 5 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。

A.1.4.2 硫代硫酸钠溶液浓度的计算

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

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);

V₁——硫代硫酸钠溶液的用量, 单位为毫升(mL);

V₂——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。

A.1.5 碘(I₂), GB/T 675

0.5 mol/L 碘溶液: 称量 65 g 碘及 175 g 碘化钾, 在研钵中研细混匀, 溶于 100 mL 水中, 转移到 1 000 mL 容量瓶中, 稀释到刻度, 摇匀, 保存于棕色瓶中备用。

A.1.5.1 碘溶液的标定

取配制好的碘溶液 10.00 mL 移入 250 mL 的碘量瓶中, 加入约 20 mL 蒸馏水, 用标定后的硫代硫酸钠滴定, 近终点时, 加入 0.5 mL 淀粉指示剂, 继续滴定溶液由黄变白时为止。

A.1.5.2 碘溶液浓度的计算

$$N_2 = N_1 V_1 / V_2 \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

N₂——碘溶液的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

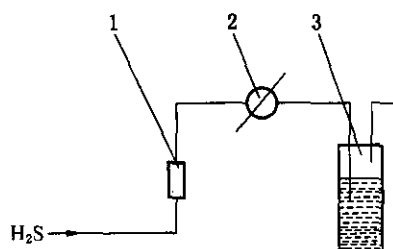
N₁——硫代硫酸钠溶液的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

V₂——碘溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V_1 ——硫代硫酸钠溶液的体积,单位为毫升(mL)。

A.2 H_2S 浓度的标定(钢瓶气体中 H_2S 浓度的标定和配出的混合气体中 H_2S 浓度的标定)

A.2.1 如图 A.1 所示组装好标定 H_2S 气体浓度的装置。



- 1——流量计;
2——三通阀;
3——吸收瓶。

图 A.1 测定 H_2S 气体浓度装置

A.2.2 记录下环境温度(K)和大气压力(mmHg)。

A.2.3 转动三通阀使气体与洗气瓶断开,调节流量计(最好是质量流量计),使气体流量为 500 mL/min(对于 H_2S 浓度为 5% 的气体)或 1 450 mL/min(对于 H_2S 浓度为 1% 的气体),记录下流量。

A.2.4 加入大约 50 mL 的 0.5 mol/L 的 NaOH 溶液到洗气瓶中。

A.2.5 转动三通阀使气体通入洗气瓶,同时按下秒表。

A.2.6 使气体通入洗气瓶 5 min(对于 5% 的 H_2S 气体)或 2.5 min(对于 1% 的 H_2S 气体),这段时间要准确地控制。

A.2.7 结束试验时,转动三通阀使气体与洗气瓶断开,并同时按下秒表,记录下这一时间,并关闭钢瓶阀门。

A.2.8 加入 25 mL(对于 5% 的 H_2S 气体)或 10 mL(对于 1% 的 H_2S 气体)的 0.5 mol/L 的碘溶液到放有磁搅拌棒的碘量瓶中,加入 15 mL 的 3 mol/L 的硫酸溶液,用塞子盖上。

注:在强酸溶液中,碘对空气氧化非常敏感,所以一定要在加酸后很快滴定。

A.2.9 转移洗气瓶中的内容物到含有酸化后的碘溶液的碘量瓶中,操作时沿着碘量瓶的边沿倒入洗气瓶中液体,在倒入时应以适当的速度搅拌,用蒸馏水冲洗洗气瓶并将这部分水也倒入洗气瓶中。由于有过量的碘在碘量瓶中,这时碘量瓶中的液体应是乳白和棕色的混合颜色。

A.2.10 立即用 0.1 mol/L 的硫代硫酸钠溶液滴定上述溶液,当看上去碘的颜色消失时,加入少许的淀粉指示剂,继续滴定到蓝色消失。记录下所用硫代硫酸钠溶液的体积数。

A.3 H_2S 浓度的计算

$$\text{气体中 } H_2S \text{ 的浓度}(\%) = \frac{N_1 V_1 - N_2 V_2}{2F T_1} \times \frac{22.4 \times 760 \times T_p}{273 \times p} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

N_1 ——碘溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——碘溶液的体积,单位为毫升(mL);

N_2 ——硫代硫酸钠溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——消耗的流代硫酸钠溶液的体积,单位为毫升(mL);

22.4——气体在标准状况下的摩尔体积;

2—— H_2S 与碘的反应中电子得失个数比;

- F ——气体流量,单位为毫升每分钟(mL/min);
 T_i ——洗气时间,单位为分钟(min);
 T_p ——环境温度,单位为开尔文(K);
 p ——环境压力,单位为毫米汞柱(mmHg)。
-

MT/T 1067—2008

中华人民共和国煤炭
行业标准
活性炭吸附 H₂S 穿透容量和
穿透时间的测定方法

MT/T 1067—2008

*

煤炭工业出版社 出版
(北京市朝阳区芍药居 35 号 100029)

网址: www.cciph.com.cn

煤炭工业出版社印刷厂 印刷
新华书店北京发行所 发行

*

开本 880mm×1230mm 1/16 印张 3/4
字数 11 千字 印数 1—600
2009 年 1 月第 1 版 2009 年 1 月第 1 次印刷
15 5020·408

社内编号 6336 定价 10.00 元

版权所有 违者必究

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,本社负责调换