

# T/NAIA

## 团体标准

---

### 煤质颗粒活性炭试验方法 亚甲蓝吸附值的测定

Test method for granular activated carbon from coal – Determination  
of methylene blue adsorption

# 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。

本文件由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：宁夏中科碳基材料产业技术研究院、石嘴山市鸿地环保科技有限公司、宁夏鸿为科技有限公司、煤炭科学技术研究院有限公司、中国科学院山西煤炭化学研究所、宁夏炭基材料检测实验中心有限公司、国家能源集团宁夏煤业有限责任公司洗选中心、宁夏华辉环保科技股份有限公司、西安交通大学、宁夏大学、河北科技大学、宁夏化学分析测试协会、石嘴山市碳基材料行业协会。

本文件主要起草人：贺彬艳、李天明、李晓霞、王金锁、李金花、王诗雅、王艳梅、杨杰、张亮、李晓明、吴倩、殷蓉、韩小金、白红存、郭焱、路锐、莫玲丽、随文、刘朋、方媛、高静、徐迎节、张小飞。

本文件为首次发布。

# 煤质颗粒活性炭试验方法

## 亚甲蓝吸附值的测定

### 1 范围

本文件规定了煤质颗粒活性炭亚甲蓝吸附值的测定方法，规定了原理、试剂与材料、仪器与设备、试样及制备、测定步骤、结果与计算、精密度和试验报告。

本标准适用于煤质颗粒活性炭亚甲蓝吸附值的测定，也适用于粉状煤质活性炭亚甲蓝吸附值的测定。

### 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 7702.6-2008 煤质颗粒活性炭试验方法亚甲蓝吸附值的测定

GB/T 601-2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

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

GB/T 665 化学试剂 五水合硫酸铜（Ⅱ）（硫酸铜）（GB/T 665-2007，ISO 6353-2：1983，NEQ）

GB/T 1263 化学试剂 十二水合磷酸氢二钠（磷酸氢二钠）（GB/T 1263-2006，ISO 6353-2：1983，NEQ）

GB/T 1272 化学试剂 碘化钾（GB/T 1272-2007，ISO 6353-2：1983，NEQ）

GB/T 1274 化学试剂 磷酸二氢钾（GB/T 1274-1993，neq ISO 6353-3：1987 R79）

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（GB/T 6682-1992，neq ISO 3696：1987）

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1

## 亚甲蓝吸附值 methylene blue adsorption

在规定的试验条件下,活性炭与亚甲蓝溶液充分吸附,过滤后亚甲蓝剩余浓度达到规定范围时,计算单位质量活性炭吸附亚甲蓝的量,之后建立吸光度(横坐标)与单位质量活性炭吸附亚甲蓝的量(纵坐标, mg/g)的线性回归方程,取吸光度为 0 时单位质量活性炭吸附亚甲蓝的量作为亚甲蓝吸附值。

### 4 原理

试样与适量的亚甲蓝溶液混合,充分吸附后过滤,滤液中的亚甲蓝吸光度值与硫酸铜标准溶液吸光度差值在 $\pm 0.020$ 内,计算单位质量活性炭吸附亚甲蓝的量。通过 2 次平行试样,建立吸光度(横坐标)与单位质量活性炭吸附亚甲蓝的量(纵坐标, mg/g)的线性回归方程,当吸光度为 0 时(完全吸附亚甲蓝),对应的单位质量活性炭吸附亚甲蓝的质量为亚甲蓝吸附值。

### 5 试剂与材料

5.1 水, GB/T 6682, 三级水;

5.2 定性滤纸, GB/T 1914, B 等, 中速(102);

5.3 硫酸溶液, 用硫酸(GB/T 625, 分析纯)配制 1+5 的硫酸溶液;

5.4 碘化钾溶液, 用碘化钾(GB/T 1272, 分析纯)配制质量分数为 10%的碘化钾溶液;

5.5 硫酸铜标准比色溶液, 用五水合硫酸铜(Ⅱ)(GB/T 665)分析纯, 配制质量分数为 0.4%的硫酸铜标准比色溶液;

5.6 缓冲溶液, 将以下 a 液与 b 液以 1+1 的体积比均匀混合, 得到 PH 值约为 7 的缓冲溶液。(a 液, 称取 9.08 g 磷酸二氢钾(GB/T 1274, 分析纯), 溶于 1 L 水中, 混匀; b 液, 称取 23.9 g 十二水合磷酸氢二钠(GB/T 1263, 分析纯), 溶于 1 L 水中, 混匀);

5.7 重铬酸钾标准滴定溶液, 浓度  $C(1/6K_2Cr_2O_7)=0.1 \text{ mol/L}$ , 按 GB/T 601-2002 中 4.5 的规定配制和标定;

5.8 硫代硫酸钠标准滴定溶液, 浓度  $C(Na_2S_2O_3)=0.1 \text{ mol/L}$  按 GB/T 601-2002 中 4.6 的规定配制和标定;

5.9 亚甲蓝溶液, 浓度  $\rho(C_{16}H_{18}ClN_3S)=1.5 \text{ g/L}$ , 按照以下方法配制:

#### 5.9.1 配制

由于亚甲蓝在干燥的过程中易发生性质变化, 需在未干燥状态下使用, 故使用前应先测定其水分含量(精确称取 1 g 亚甲蓝(精确至 0.0001 g), 于  $105^\circ\text{C}\pm 5^\circ\text{C}$  条件下干燥 4 h)。

称取相当于 1.5 g 干燥亚甲蓝的未干燥亚甲蓝样品, 精确至 0.0001 g, 亚甲蓝未干燥品

的取用量按式（1）计算。将所需量的未干燥亚甲蓝溶于 60℃±10℃缓冲溶液，全部溶解后冷却至室温，过滤至 1000 mL 容量瓶，用缓冲溶液洗涤滤渣，再用缓冲溶液稀释至刻度，混匀静置 1 d 后标定。标定结果应在 1.5000 g/L±0.0150 g/L 范围内，否则，应调至规定范围。

亚甲蓝未干燥品的取用量按式（1）计算：

$$m_i = \frac{m}{A(100 - \omega)} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$m_i$  —— 亚甲蓝未干燥品的取用量，单位为克（g）；

$m$  —— 亚甲蓝干燥品的质量，单位为克（g）；

$A$  —— 亚甲蓝纯度，单位为质量百分比（%）；

$\omega$  —— 亚甲蓝水分的质量分数，单位为质量百分比（%）。

### 5.9.2 标定

用移液管准确移取 50 mL 亚甲蓝溶液于 200 mL 烧杯中，加入 25.00 mL 重铬酸钾标准滴定溶液，于水浴中将试液加热至 75℃±2℃，搅拌均匀，维持试液温度 75℃±2℃并保持 20 min 后冷却，过滤至 300 mL 具塞磨口锥形瓶中，依次加入 25 mL 硫酸溶液和 10 mL 碘化钾溶液，盖紧瓶塞，摇匀，暗处静置 5 min 后用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色，加入 2 mL 淀粉指示剂继续滴定至蓝色消失。同时进行空白试验。

### 5.9.3 亚甲蓝溶液的浓度计算

亚甲蓝溶液的浓度按式（2）计算：

$$\rho = \frac{C_0(V_2 - V_1)M}{50} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$\rho$  —— 亚甲蓝溶液的浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）

$C_0$  —— 硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

$V_2$  —— 空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$V_1$  —— 试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$M$  —— 亚甲蓝的摩尔质量【 $M(1/3C_{16}H_{18}ClN_3S)=106.6$  g/mol】，单位为克每摩尔（g/mol）；

### 5.9.4 标定精密度

亚甲蓝标准溶液平行测定的结果相对偏差不大于 1%。

5.10 淀粉指示液，质量分数为 0.5%。

## 6 仪器与设备

6.1 电热恒温干燥箱，0℃~300℃；

6.2 干燥器，内装无水氯化钙或变色硅胶；

6.3 分析天平，感量 0.0001 g；

6.4 恒温水浴，0℃~100℃；

6.5 振荡器，频率（240±20）次/min，振幅 36 mm±6 mm；

6.6 分光光度计；

6.7 具塞磨口锥形瓶，100 mL、300 mL；

6.8 移液管，50 mL；

6.9 烧杯，200 mL；

6.10 比色管，25 mL；

6.11 试验筛，Φ200×50-0.045/0.032 方孔；

6.12 玻璃漏斗，Φ70 mm~90 mm；

## 7 试样及制备

### 7.1 样品破碎及筛分

采用四分法取 10 g 试样，磨细至 90%~97%质量能通过 0.045 mm 试验筛，合并筛余物与筛上物并混匀。

### 7.2 样品干燥

将试样在 150℃±5℃电热恒温干燥箱内干燥 2 h，置于干燥器中冷却至室温，备用。

## 8 测定步骤

8.1 精确称取 0.1 g±0.0004g 试样（精确至 0.0001g）于 100 mL 具塞磨口锥形瓶中，用滴定管一次性滴入适宜量的亚甲蓝溶液，盖紧瓶塞，放在振荡器上振荡 30 min。

8.2 将吸附后的溶液过滤至比色管中，混匀。

8.3 使用 10 mm 比色皿，以水为参比液，在 665 nm 波长下测定滤液的吸光度。确保滤液吸光度值应与硫酸铜标准溶液的吸光度差值在±0.020 范围内。

8.4 若超出上述范围应调整加入亚甲蓝溶液的体积，重复 8.1~8.3 直至符合要求。

## 9 结果与计算

平行测定 2 份试样，分别计算得到单位质量活性炭吸附亚甲蓝的量  $Q$ ，要求其相对标准偏差  $RSD \leq 5\%$ 。以吸光度为横坐标，单位质量活性炭吸附亚甲蓝的量为纵坐标，将两点连接成线，并最终整理成线性回归方程。取吸光度为 0，代入方程式求得纵坐标的值  $q$ ，即亚甲蓝的吸附值。

单位质量活性炭吸附亚甲蓝的量按式（3）计算：

$$Q = \frac{\rho V}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$Q$ —— 单位质量活性炭吸附亚甲蓝的量，单位为毫克每克（mg/g）；

$\rho$  —— 亚甲蓝溶液的浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

$V$ —— 测定试样消耗亚甲蓝溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$m$ —— 试样的质量，单位为克（g）。

## 10 精密度

平行测定 2 份试样，要求其滤液与硫酸铜标准溶液的吸光度差值均在  $\pm 0.020$  范围内，规定两次测试值的相对标准偏差  $RSD \leq 5\%$ ，再利用线性回归方程计算亚甲蓝吸附值，计算结果精确至整数位。

## 11 试验报告

试验报告应包含以下内容：

送样单位、样品名称、样品批号、来样日期、试验结果、试验单位、试验者姓名、审核者姓名、签发者姓名、报告日期。