

ICS 71.040.50
B 73



中华人民共和国国家标准

GB/T 31744—2015

水质净化用竹炭基本性能试验方法

Test on the elementary properties of bamboo charcoal for water-purification

2015-07-03 发布

2015-11-02 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由全国竹藤标准化技术委员会(SAC/TC 263)归口。

本标准起草单位:南京林业大学、国家林业局林产工业规划设计院、浙江民心生态科技有限公司、浙江碧岩环保材料有限公司、浙江宁波兴达炭业有限公司、浙江衢州净力竹炭厂、江阴中炬生物科技有限公司、福建省建瓯特艺竹木有限公司、福建连城鑫晟大科技有限公司、衢州现代炭业有限公司、浙江建中竹业科技有限公司、龙泉市南山炭业有限公司、上海竹虎实业有限公司。

本标准主要起草人:周建斌、张东升、邓丛静、包立根、涂志龙、戴美祥、张水祥、崔宇、周娟、黄春进、吴泉生、丁建中、王有富、吴宗满。

水质净化用竹炭基本性能试验方法

1 范围

本标准规定了水质净化用竹炭的水分含量、灰分含量、挥发分含量、固定碳含量、pH 值、苯酚吸附值、氯化物吸附值的测定方法。

本标准适用于饮用水净化用竹炭的检测。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 水分含量

3.1 方法提要

一定质量的试样,在 105 °C ± 5 °C 下干燥至恒量,以质量减少量占原试样质量的百分数作为水分含量。

3.2 仪器

3.2.1 电热恒温干燥箱,带有自动调温装置,并附有鼓风机或自然通风装置。

3.2.2 分析天平,精度 0.1 mg。

3.2.3 干燥器,内装干燥剂(未潮解的块状氯化钙或硅胶)。

3.2.4 称量瓶,70 mm × 35 mm。

3.3 操作方法

称取 1 g ~ 5 g (称准至 1 mg) 试样(要求粒径小于或等于 0.900 mm),放入预先干燥至恒量的称量瓶中,试样在称量瓶底面厚度均匀。置于温度调节至 105 °C ± 5 °C 的电热恒温干燥箱内,干燥 3 h ~ 4 h,取出,放入干燥器中,冷却到室温(大约需 30 min)后称量。

然后进行检查性试验,每次干燥时间为 60 min,直到试样的减量小于 0.005 0 g 或质量增加时为止,在后一种情况下,必须采用增量前的一次质量作为计算的依据。

3.4 结果计算

竹炭水分含量测定结果按式(1)计算:

$$w = \frac{m - m_1}{m - m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w —— 试样的水分含量, %;

m —— 干燥前试样加称量瓶的质量,单位为克(g);

m_1 ——干燥后试样加称量瓶的质量,单位为克(g);

m_2 ——称量瓶的质量,单位为克(g)。

3.5 允许误差

水分含量的两次平行测定结果误差不得超过 0.5%。

4 灰分含量

4.1 方法提要

一定质量的试样于 800 °C ± 20 °C 下,灼烧至恒量(冷却后称量),以残留物的质量占原试样质量的百分数表示灰分含量。

4.2 仪器

4.2.1 高温电炉,带有能保持 800 °C ± 20 °C 的调温装置,附有热电偶和高温表。

4.2.2 带盖瓷坩埚,30 mL。

4.2.3 分析天平,精度 0.1 mg。

4.2.4 干燥器,内装干燥剂(未潮解的块状氯化钙或硅胶)。

4.3 操作方法

将符合规格的瓷坩埚置于 800 °C ± 20 °C 高温电炉中灼烧至恒量,将坩埚在空气中冷却约 5 min 后,置于干燥器中冷却至室温(大约需 30 min),称量(称准至 1 mg)。再称取经粉碎至全部通过 0.25 mm(60 目)的干燥试样 1 g(称准至 1 mg),置于已恒量的瓷坩埚中,并送入温度不超过 300 °C 的高温电炉中,打开坩埚盖,缓慢升到 500 °C,并保持 30 min,继续升高温度,在(800 ± 20)°C 的条件下灼烧 3 h~4 h。取出坩埚置于瓷板上,盖上坩埚盖,在空气中冷却约 5 min 后,放入干燥器,冷却到室温,称量。

然后进行检查性灼烧,每次灼烧 60 min,直到试样的减量小于 0.001 0 g 或者质量增加时为止,在后一种情况下,应采用增量前一次的质量作为计算的依据。

4.4 结果计算

竹炭灰分含量测定结果按式(2)计算:

$$A = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

A —— 试样的灰分含量, %;

m_2 —— 灰分和坩埚的质量,单位为克(g);

m_1 —— 坩埚的质量,单位为克(g);

m —— 试样的质量,单位为克(g)。

4.5 允许误差

灰分的两次平行测定结果误差不得超过 0.3%。

5 挥发分含量

5.1 方法提要

一定质量的试样,在 850 °C ± 20 °C 的温度下,隔绝空气加热 7 min,以所失去的质量占原试样质量

的百分数表示挥发分含量。实验中如果发现有明显的火星时,则应重做。

5.2 仪器

5.2.1 瓷坩埚:高 40 mm,上口直径 30 mm。

5.2.2 高温电炉:带有能保持 850 °C ± 20 °C 的调温装置。

5.2.3 坩埚架:由镍铬丝制成,其大小以放入高温炉中的坩埚不超过恒温区为限,并使放在坩埚架上的坩埚底部距炉底 10 mm ~ 15 mm。

5.2.4 分析天平,精度 0.1 mg。

5.2.5 秒表或定时钟。

5.2.6 干燥器,内装干燥剂(未潮解的块状氯化钙或硅胶)。

5.3 操作方法

称取经粉碎至全部通过 0.25 mm(60 目)的干燥试样 1 g(称准至 1 mg),置于已在 850 °C ± 20 °C 烧至恒量的瓷坩埚中,将坩埚盖好,轻轻振动以使试样铺平,放在坩埚架上。然后,迅速送入事先加热到 850 °C 的高温电炉中,使坩埚位于热电偶测点的上方或下方,继续加热 7 min。开始时炉温下降,但在 3 min 内应恢复到 850 °C ± 20 °C,如发现有明显火星,则应重做。

最后,取出坩埚置于瓷板上,在空气中冷却 5 min 后,放入干燥器冷却到室温,称量。

5.4 结果计算

竹炭挥发分含量测定结果按式(3)计算:

$$V = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

V ——试样的挥发分含量, %;

m_1 ——试样的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样加热后的质量,单位为克(g)。

5.5 允许误差

挥发分的两次平行测定结果误差不得超过 0.5%。

6 固定碳含量

6.1 方法提要

固定碳含量以经过干燥后的竹炭质量,减去其所含灰分及挥发分来计算。

6.2 结果计算

竹炭固定碳含量测定结果按式(4)计算:

$$c = 100 - (A + V) \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

c ——固定碳含量, %;

A ——试样的灰分含量, %;

V ——试样的挥发分含量, %。

6.3 允许误差

固定碳的两次平行测定结果误差不得超过 0.5%。

7 pH 值

7.1 方法提要

试样在不含二氧化碳的水(煮沸过的去离子水或蒸馏水)中煮沸,过滤,冷却后测定滤液的 pH 值。

7.2 试剂

不含二氧化碳的水,将 GB/T 6682 中二级水煮沸 3 min~5 min。

7.3 仪器

7.3.1 天平,精度 0.01 g。

7.3.2 pH 计,精度 0.1。

7.3.3 电炉或加热板。

7.4 操作方法

称取经粉碎至全部通过 0.900 mm(20 目)与 2.50 g 竹炭干燥品相当的未干燥试样,置于 100 mL 锥形瓶中,加入不含二氧化碳的水 50 mL,缓和煮沸 10 min,补添蒸发的水,过滤,弃去初滤液 5 mL,余液冷却到室温后用 pH 计测定 pH 值。同时做平行实验。

7.5 结果计算

直接读数,结果以两平行实验算术平均值表示,读数至 0.01。

7.6 允许误差

两次平行测定结果误差应小于 0.1。

8 苯酚吸附值

8.1 方法提要

竹炭试样与苯酚溶液混合作用后,用滤纸过滤,根据滤液中残余苯酚的含量,计算出竹炭吸附的苯酚量。

8.2 仪器

本标准中所用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,所列试剂除特殊规定外,均指分析纯试剂。

8.2.1 试验筛,筛孔 71 μm 。

8.2.2 电热恒温干燥箱。

8.2.3 天平,精度 0.1 mg。

8.2.4 振荡器,约 240 次/min。

8.3 试剂和溶液

8.3.1 1 g/L 苯酚溶液

准确称取 1.000 g 苯酚,溶于 500 mL 温水中,冷却后稀释到 1 000 mL。

8.3.2 溴酸钾-溴化钾溶液

称取溴酸钾 2.78 g 及溴化钾 10 g,溶于水中,稀释至 1 000 mL。

8.3.3 淀粉指示液

称取 1.0 g 可溶性淀粉,加水 10 mL,搅拌下注入 190 mL 沸水中,再煮沸 2 min,放置,取上层清液使用。此溶液于使用前制备。

8.3.4 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液

称取 26 g 硫代硫酸钠,溶于 1 000 mL 水中,缓缓煮沸 10 min,冷却,放置两周后,过滤于棕色瓶中备用。

标定:称取 0.15 g(称准至 0.2 mg)于 120 °C 烘至恒量的重铬酸钾,置于 250 mL 碘量瓶中,溶于 25 mL 水,加 2 g 碘化钾及 20 mL“1+8”硫酸,摇匀,于暗处放置 10 min。加 100 mL 水,用 0.1 mol/L 硫代硫酸钠溶液滴定,近终点时加 3 mL 淀粉指示液,继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色。同时做空白试验,见式(5):

$$c_1 = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 49.03} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- c_1 ——硫代硫酸钠的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- m ——重铬酸钾的质量,单位为克(g);
- V_1 ——硫代硫酸钠溶液用量,单位为升(L);
- V_2 ——空白试验硫代硫酸钠溶液用量,单位为升(L);
- 49.03——1/6 重铬酸钾($K_2Cr_2O_6$)的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

8.3.5 0.025 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液

取 25 mL 已标定的 0.1 mol/L 硫代硫酸钠溶液于 100 mL 容量瓶,稀释至标线,即为 0.025 mol/L 的硫代硫酸钠溶液。使用时配制。

8.3.6 100 g/L 碘化钾溶液

取 10 g 碘化钾溶于 100 mL 水中。

8.4 操作方法

称取经粉碎至 71 μ m(200 目)的干燥试样 0.50 g(准确至 1 mg)放入干燥的 250 mL 磨口锥形瓶中,用移液管加入苯酚溶液(8.3.1)50 mL,盖上瓶塞,放振荡器上振荡 2 h,再静止 22 h,过滤。

用移液管吸取 10 mL 滤液放入 250 mL 碘量瓶中,加水 30 mL,用移液管加入溴酸钾-溴化钾(8.3.2)10 mL,再加“1+1”盐酸 10 mL,盖紧瓶塞,剧烈摇动 1 min 左右,当沉淀出现静止 5 min 后,加入碘化钾溶液(8.3.6)10 mL,用水淋洗瓶壁,盖紧瓶塞,在暗处放 3 min 后,用 0.025 mol/L 硫代硫酸钠溶液(8.3.5)进行滴定,当溶液呈淡黄色时,加入淀粉指示剂 2 mL,继续滴至蓝色消失即为终点。

按相同条件做一空白试验。

8.5 结果计算

竹炭苯酚吸附值按式(6)计算:

$$A = \frac{15.68c_1(V_2 - V_1) \times 5}{m} \dots\dots\dots (6)$$

式中：

A —— 试样吸附苯酚值，单位为毫克每克(mg/g)；

c_1 —— 硫代硫酸钠的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_1 —— 空白试验硫代硫酸钠标准溶液用量，单位为毫升(mL)；

V_2 —— 试样的硫代硫酸钠标准溶液用量，单位为毫升(mL)；

m —— 试样质量，单位为克(g)；

15.68——1/6 苯酚(C_6H_5OH)的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

8.6 精密度与偏差

两个试样平行测定结果误差不大于 2%。

9 氯化物吸附值

9.1 方法提要

竹炭试样与氯化物溶液混合作用后，用滤纸过滤，测定滤液中残余氯化物的含量，计算出竹炭吸附的氯化物量。

9.2 仪器

9.2.1 试验筛，筛孔 71 μm 。

9.2.2 电热恒温干燥箱。

9.2.3 天平，精度 0.1 mg。

9.2.4 振荡器，约 240 次/min。

9.3 试剂和溶液

本标准中所用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格，所列试剂除特殊规定外，均指分析纯试剂。

9.3.1 95%乙醇。

9.3.2 0.05 mol/L 硫酸溶液。

9.3.3 0.05 mol/L 氢氧化钠溶液。

9.3.4 0.014 1 mol/L 氯化钠标准溶液。

称取已在 500 $^{\circ}\text{C}$ ~600 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧至恒量的氯化钠 0.824 g，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至标线摇匀，1.00 mL 此标准溶液相当于 0.50 mg 氯化物(Cl^-)。

9.3.5 50 g/L 铬酸钾溶液

称取 5 g 铬酸钾(K_2CrO_4)溶于少量蒸馏水中，滴加硝酸银溶液(9.3.6)至有红色沉淀生成，摇匀，静置 12 h，过滤并用蒸馏水将滤液稀释至 100 mL。

9.3.6 0.014 1 mol/L 硝酸银溶液

称取 2.395 0 g 于 105 $^{\circ}\text{C}$ 烘干至恒量的硝酸银，溶于蒸馏水中，在容量瓶中稀释至 1 000 mL，贮于棕色瓶中。

标定：用移液管准确吸取 25.00 mL 氯化钠标准溶液(9.3.4)于 250 mL 锥形瓶中，加蒸馏水 25 mL。另取一只锥形瓶，量取蒸馏水 50 mL 作空白。分别加入 1 mL 铬酸钾溶液(9.3.5)，在不断的摇动下用硝酸银标准溶液滴定至砖红色沉淀刚刚出现时为终点。计算每毫升硝酸银溶液相当的氯化物量，然后校正其浓度，再做最后标定。

硝酸银浓度按式(7)计算：

$$c_2 = \frac{25c_1}{V_1 - V_2} \dots\dots\dots(7)$$

式中:

c_1 ——氯化钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

c_2 ——硝酸银标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——硝酸银溶液用量,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验硝酸银溶液用量,单位为毫升(mL)。

9.3.7 酚酞指示剂溶液

称取 0.5 g 酚酞溶于 50 mL 95%乙醇(9.3.1)中,再加入 50 mL 蒸馏水,然后滴加 0.05 mol/L 氢氧化钠溶液(9.3.3)使呈微红色。

9.4 操作方法

称取经粉碎至 71 μ m 的干燥试样 0.10 g(准确至 1 mg)放入干燥的 250 mL 磨口锥形瓶中,用移液管加入氯化钠标准溶液(9.3.4)50 mL,盖上瓶塞,放振荡器上振荡 1 h,再静止 23 h,过滤。

用移液管吸取 10 mL 滤液放入 250 mL 锥形瓶中,加蒸馏水 30 mL。另取一只锥形瓶,量取蒸馏水 40 mL 作空白。调节水样的 pH 值,以酚酞作指示剂,用稀硫酸(9.3.2)或氢氧化钠溶液(9.3.3)调节至红色刚刚褪去。然后在锥形瓶中各加入 1 mL 铬酸钾溶液(9.3.5),在不断的摇动下用硝酸银标准溶液(9.3.6)滴定至砖红色沉淀刚刚出现为终点。

9.5 结果计算

竹炭氯化物吸附值按式(8)计算:

$$A = \frac{25 - (V_2 - V_1) \times c_2 \times 35.45 \times 5}{m} \dots\dots\dots(8)$$

式中:

A ——试样氯化物吸附值,单位为毫克每克(mg/g);

c_2 ——硝酸银标准液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——空白试验硝酸银标准溶液用量,单位为毫升(mL);

V_2 ——试样消耗硝酸银标准溶液用量,单位为毫升(mL);

m ——竹炭试样质量,单位为克(g)。

9.6 精密度与偏差

两个试样平行测定结果误差不大于 1%。