



中华人民共和国国家标准

GB/T 7702.1~7702.22—1997

煤质颗粒活性炭试验方法

Standard test method for granular activated carbon from coal

1997-12-03 发布

1998-06-01 实施

国家技术监督局 发布

前 言

本标准是根据美国试验与材料协会 ASTM D 3663—92《催化剂表面积试验方法》的标准制定的,在技术内容上非等效采用 ASTM D 3663—92 的标准内容。本标准是根据国家标准合订本《煤质颗粒活性炭》内容的要求,新增加的一个试验方法的标准。

本标准发布实施后与国家标准合订本《煤质颗粒活性炭》(GB/T 7701.1~7701.7—1997)配套使用。

本标准生效后,实施过渡期为一年。

本标准由中国兵器工业总公司提出。

本标准由中国兵器工业标准化研究所归口。

本标准起草单位:山西新华化工厂。

本标准主要起草人:李仁芳、张旭、王悦义、王建光、张丽荣。

本标准委托山西新华化工厂负责解释。

中华人民共和国国家标准

煤质颗粒活性炭试验方法 比表面积测定

GB/T 7702.21—1997

Standard test method for granular activated carbon from coal
— Determination of specific surface area

1 范围

本标准规定了煤质颗粒活性炭比表面积测定所需试剂和仪器、测定步骤及测定结果的处理等内容。本标准适用于煤质颗粒活性炭比表面积的测定。

2 方法提要

对预先经真空脱气处理的活性炭试样,在 -196°C 下吸附氮气,利用 BET 方程(二常数公式),根据单分子层吸附量及吸附质分子截面积,计算活性炭试样的比表面积。

3 试剂与材料

- 3.1 氮气:高纯氮气,纯度 99.99%。
- 3.2 无水乙醇:GB 678—90,分析纯。
- 3.3 溶剂汽油。
- 3.4 液氮。
- 3.5 真空脂。

4 仪器、装置

- 4.1 比表面积试验装置(采用低温氮容量法)。
- 4.2 真空脱气装置: 300°C , 1.33 Pa 。
- 4.3 天平:感量 0.0001 g 。
- 4.4 电热恒温干燥箱: $0\sim 300^{\circ}\text{C}$ 。
- 4.5 试样管及连接部件。
- 4.6 带盖称皿。
- 4.7 量杯: 2 mL 。
- 4.8 液氮冷阱。
- 4.9 液氮贮罐。
- 4.10 温度计: $0\sim 50^{\circ}\text{C}$ 。
- 4.11 干燥器:内装无水氯化钙或变色硅胶。

5 试样及其制备

对所送样品用四分法取出试样。

6 测定步骤

- 6.1 启动比表面积试验装置,使系统温度恒定后进行以下操作。
- 6.2 空白试验:对每支试样管及连接部件进行编号,测定空管时输气体积 V_1 与平衡压力 p 的对应关系,至少需测量三个点。以 V_1 为纵坐标, p 为横坐标作图,可得一直线。用此方法测量并计算每支试样管在一定条件(一定的吸附质和一定的温度)下的直线斜率 n 。试样管应每月校正一次标准曲线。
- 6.3 将试样盛于称皿中,并置于电热恒温干燥箱中于 $(150 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下烘干 2 h,取出置于干燥器内冷却备用。
- 6.4 在天平上准确称量试样管空管重 m_1 ,精确至 0.000 1 g。
- 6.5 将 0.1~0.3 g 试样(约 2 mL)装入试样管中。
- 6.6 将试样管置于真空脱气装置中,在 300°C 和 1.33 Pa 下脱气 4 h 以上。
- 6.7 试样管冷至室温后,在天平上准确称量试样管加试样重 m_2 ,精确至 0.000 1 g。
- 6.8 小心地将液氮装入液氮贮罐及液氮冷阱中(注意防止液氮溅出伤人)。将贮罐及冷阱安置在比表面积试验装置上。
- 6.9 将试样管放入比表面积试验装置冷阱中,并与测试系统连接。
- 6.10 按比表面积试验装置操作规程进行液氮温度下活性炭对氮的吸附等温线的测试,在 0.05~0.35 Pa 的相对压力范围内,测量 3~6 个点,记录下每一点的输气体积 V_1 及平衡压力 p 。
- 6.11 测量试样管中吸附质的饱和蒸气压 p_0 。
- 6.12 试验完毕,按比表面积试验装置操作规程关闭比表面积试验装置,卸下试样管,将冷阱中的剩余液氮倒回液氮贮器中。
- 6.13 用汽油擦净试样管及连接部件的真空脂,用无水乙醇清洗试样管。
- 6.14 重复 6.1 至 6.13 步骤,再做一份试样。

7 测定结果的处理

- 7.1 计算每次送气周期中,输入试样管的氮气体积:

将试验条件下输入的氮气体积换算成标准状况下的氮气体积,由式(1)计算:

$$V_1 = \frac{V_s \times p_s \times 273}{1.01 \times 10^5 (273 + t)} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: V_1 ——标准状况下输入的氮气体积, cm^3 ;

V_s ——输气室的死体积, cm^3 ;

p_s ——工作压力, Pa;

t ——输气线路的工作温度, $^\circ\text{C}$ 。

- 7.2 按式(2)计算未被吸附的氮气体积 V_g :

$$V_g = p_i \times n \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: V_g ——未被吸附的氮气体积, cm^3 ;

p_i ——每一次输气后的吸附平衡压力, Pa;

n ——试样管标准曲线的斜率。

- 7.3 按式(3)计算被吸附的氮气体积:

$$V_a = V_1 - V_g \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: V_a ——平衡压力下,试样所吸附的氮气体积, cm^3 ;

V_1 ——同式(1);

V_g ——同式(2)。

- 7.4 根据 BET 方程,按式(4)计算单分子层吸附量 V_m :

利用 BET 方程二常数公式:

$$\frac{p}{V_a(p_0 - p)} = \frac{1}{V_m \times C} + \frac{C-1}{V_m \times C} \times \frac{p}{p_0} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: p ——吸附平衡压力, Pa;

V_a ——同式(3);

p_0 ——液氮温度下, 被吸附气体的饱和压力, Pa;

V_m ——单分子层吸附量, cm^3 ;

C ——与吸附热有关的常数;

p/p_0 ——吸附质的相对压力。

采用最小二乘法对式(4)进行线性回归, 可得到斜率 a 和截距 b , 单分子层吸附量 V_m 可由式(5)计算:

$$V_m = \frac{1}{a + b} \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中: V_m ——同式(4);

a ——式(4)线性回归的斜率;

b ——式(4)线性回归的截距。

7.5 按式(6)计算比表面积 S :

$$S = 4.353 \times \frac{V_m}{m} \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中: S ——试样的比表面积, m^2/g ;

V_m ——同式(4);

m ——试样质量, g。

7.6 两份试样各测定一次, 允许误差不大于 10%。结果以算术平均值表示, 精确至以整数位。

8 试验报告

试验报告应包括以下内容:

送样单位、样品名称、样品批号、来样日期、使用的仪器及吸附质、脱气方法及条件、试验结果、试验单位、试验者姓名、审核者姓名、签发者姓名、报告日期等。