

中华人民共和国国家标准

木质活性炭试验方法 铁含量的测定

GB/T 12496.19—1999

代替 GB/T 12496.8—1990

Test methods of wooden activated carbon—
Determination of iron content

1 范围

本标准规定了活性炭中铁含量的试验方法。
本标准适用于木质类活性炭。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9721—1988 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)

3 第一法 1,10-菲啰啉(邻菲啰啉)分光光度法

3.1 方法原理

用盐酸羟胺作还原剂,用乙酸-乙酸钠缓冲液调节 pH4.5,亚铁(Fe^{2+})与 1,10-菲啰啉生成桔红色络合物,于分光光度计波长 510 nm 处测量吸光度。

3.2 仪器

分光光度计:符合 GB/T 9721 之规定。

3.3 试剂和溶液

本方法用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,所用试剂均指分析纯试剂。

3.3.1 盐酸(GB/T 622),“1+9”溶液。

3.3.2 乙酸(GB/T 676),乙酸钠(GB/T 694),乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH=4.5)

称取 16.4 g 无水乙酸钠,加 8.4 mL 冰乙酸,加水溶解后稀释至 100 mL。

3.3.3 盐酸羟胺(GB/T 6685),盐酸羟胺溶液

称取 1 g 盐酸羟胺溶于 100 mL 水中。

3.3.4 1,10-菲啰啉溶液(GB/T 1293)

称取 0.50 g 1,10-菲啰啉溶于 10 mL 乙醇,加 90 mL 水混匀,保存于暗处,如溶液着色,应重新配制。

3.3.5 硫酸亚铁铵 $[\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2 \cdot \text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$

0.01 mg/mL 铁标准溶液:称取 0.702 g 硫酸亚铁铵溶于含 0.5 mL 硫酸的少量水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至标线,从中取出 100 mL 稀释至 1 000 mL,此溶液含 Fe^{2+} 0.01 mg/mL。

3.4 操作方法

国家质量技术监督局 1999-11-10 批准

2000-04-01 实施

3.4.1 称取经粉碎至 $71\ \mu\text{m}$ 的干燥试样 $1.0\ \text{g}$ (称准至 $10\ \text{mg}$)，置于 $100\ \text{mL}$ 锥形烧瓶中，加“1+9”盐酸液 $25\ \text{mL}$ ，缓和煮沸 $5\ \text{min}$ ，稍冷过滤于 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中，并用热水分次洗涤滤渣，滤液和洗液合并，冷却到室温，稀释至标线。取滤液 $10\ \text{mL}$ 于 $50\ \text{mL}$ 容量瓶中，加入乙酸-乙酸钠缓冲溶液(3.3.2) $5\ \text{mL}$ ，盐酸羟胺溶液(3.3.3) $2.5\ \text{mL}$ ，1,10-菲罗啉溶液(3.3.4) $1\ \text{mL}$ ，稀释至标线，摇匀放置 $10\ \text{min}$ 呈颜色反应，用分光光度计在波长 $510\ \text{nm}$ 下用 $1\ \text{cm}$ 比色皿测定吸光度。

3.4.2 标准曲线的绘制

分别吸取铁标准溶液 $0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0\ \text{mL}$ 于 8 只 $50\ \text{mL}$ 容量瓶中，加入乙酸-乙酸钠缓冲溶液 $5\ \text{mL}$ ，盐酸羟胺溶液 $2.5\ \text{mL}$ ，1,10-菲罗啉溶液 $1\ \text{mL}$ ，用水稀释至标线，摇匀放置 $10\ \text{min}$ ，用分光光度计在波长 $510\ \text{nm}$ ，光径 $1\ \text{cm}$ 的比色皿中测定吸光度。以铁标准溶液的使用量(mL)为横坐标，以吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

3.5 结果表述

从标准曲线上查出与测得的吸光度相对应的铁的标准溶液(mL)的吸光度，活性炭的铁含量按式(1)计算：

$$X = \frac{V}{100m} \dots\dots\dots(1)$$

式中：X——试样中铁的百分含量，%；

V——由试样吸光度查得铁标准溶液毫升数， mL ；

m——试样质量， g 。

4 第二法 硫氰酸铵法

4.1 方法原理

用过硫酸铵作氧化剂，硫氰酸铵作显色剂。铁(Fe^{3+})与硫氰酸铵生成红色络合物，用目视比色法测定。

4.2 试剂和溶液

4.2.1 盐酸(GB/T 622)，“1+9”溶液。

4.2.2 过硫酸铵(GB/T 655)， $10\ \text{g/L}$ 过硫酸铵溶液。

4.2.3 硫氰酸铵(GB/T 660)， $10\ \text{g/L}$ 硫氰酸铵溶液。

4.2.4 硫酸铁铵(GB/T 1279) [$\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$]

0.01 mg/mL 铁标准溶液：称取 $0.8634\ \text{g}$ 硫酸铁铵溶解于水，加 $2.5\ \text{mL}$ 浓硫酸，移入 $1000\ \text{mL}$ 容量瓶中，稀释至标线，摇匀，此溶液含 Fe^{3+} $0.1\ \text{mg/mL}$ 。用时，准确移取 $100\ \text{mL}$ ，摇匀，此溶液含 Fe^{3+} $0.01\ \text{mg/mL}$ 。

4.3 操作方法

4.3.1 称取经粉碎至 $71\ \mu\text{m}$ 的干燥试样 $1.00\ \text{g}$ (称准至 $10\ \text{mg}$)，置于 $100\ \text{mL}$ 锥形烧瓶中，加入“1+9”盐酸溶液 $25\ \text{mL}$ ，缓和煮沸 $5\ \text{min}$ ，稍冷过滤于 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中，用热水数次洗涤滤渣，滤液和洗液合并，冷却到室温，稀释至标线。取滤液 $10\ \text{mL}$ 于 $50\ \text{mL}$ 比色管中，加过硫酸铵溶液 $5\ \text{mL}$ ，硫氰酸铵溶液 $5\ \text{mL}$ ，稀释至 $50\ \text{mL}$ ，摇匀，放置 $10\ \text{min}$ ，所呈红色与铁标准溶液与试验液同时同样处理并相对照。取标准溶液 $1\ \text{mL}$ ，铁含量即为 0.01% ， $2\ \text{mL}$ 为 0.02% ，……依此类推。