

ICS 71.040.99
CCS B 72



中华人民共和国林业行业标准

LY/T 1616—2022
代替 LY/T 1616—2004,LY/T 1786—2008 等

木质活性炭试验方法

Test methods for wooden activated carbon

行业标准信息服务平台

2022-09-07 发布

2023-01-01 实施

国家林业和草原局 发布
中国标准出版社 出版

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。

本文件代替 LY/T 1616—2004《活性炭水萃取液电导率的测定方法》、LY/T 1786—2008《活性炭单宁酸吸附值的测定方法》、LY/T 2615—2016《木质活性炭试验方法 铅含量的测定 原子吸收光谱法》、LY/T 3013—2018《木质活性炭中氯化物和硫酸盐的测定离子色谱法》和 LY/T 3155—2019《活性炭苯吸附率的测定》。除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 统一了待检测样品的粒度；
- 统一了待检测样品的烘干温度；
- 增加了比浊法测定木质活性炭中铅含量的方法。

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专利的责任。

本文件由国家林业和草原局提出。

本文件由全国林化产品标准化技术委员会(SAC/TC 558)归口。

本文件起草单位：中国林业科学研究院林产化学工业研究所、河北省林果桑华质量监督检测管理中心、中华人民共和国河北出入境检验检疫局、国家林业和草原局林产品质量检验检测中心(郑州)、北华大学、安徽金叶碳素科技有限公司。

本文件主要起草人：刘军利、孙康、徐茹婷、戴伟娣、谭卫红、宋军、卢辛成、王傲、孙昊、许伟、马名哲、杨凯华、童娅娟、蒋剑春、孙云娟、张燕萍、常侠、戴燕、蔡燕燕、陈鹏、黄海涛、王宏晓、沈娟章、苗爱梅、毕波、姚春屹、金钰、曹彦卫、李晓辉、王萍、王海荣、李晓飞、李增良、胡博珂、李翔宇、王之凭、陈超。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2004年首次发布为 LY/T 1616—2004；
- 本次为第一次修订，并入了 LY/T 1786—2008《活性炭单宁酸吸附值的测定方法》、LY/T 2615—2016《木质活性炭试验方法铅含量的测定——原子吸收光谱法》、LY/T 3013—2018《木质活性炭中氯化物和硫酸盐的测定离子色谱法》和 LY/T 3155—2019《活性炭苯吸附率的测定》的内容。

引　　言

活性炭作为一种优良的吸附剂,广泛应用于空气净化、水处理、烟气处理等领域,需要对现有部分木质活性炭试验方法标准进行修订整合。本文件是对 LY/T 1616—2004《活性炭水萃取液电导率测定方法》、LY/T 1786—2008《活性炭单宁酸吸附值的测定方法》、LY/T 3013—2018《木质活性炭中氯化物和硫酸盐的测定 离子色谱法》、LY/T 2615—2016《木质活性炭试验方法 铅含量的测定 原子吸收光谱法》、LY/T 3155—2019《活性炭苯吸附率的测定》等五项标准的修订和整合。

行业标准信息服务平台

木质活性炭试验方法 第1部分:水萃取液电导率的测定

1 范围

本文件规定了活性炭水萃取液电导率的测定方法。

本文件适用于木质活性炭,也适用于煤质活性炭。

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于本文件;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 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则及极限数值的表示和判定
- GB/T 9721 化学试剂 分子吸收分光光度法通则
- GB/T 33087 仪器分析用水高纯水规格及试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

活性炭浓度 the consistence of activated carbon

单位单宁酸溶液体积中活性炭的质量。

注:单位为毫克每升(mg/L)。

3.2

单宁酸吸附值 tannic value

使单宁酸浓度从20 mg/L降至2 mg/L所需的活性炭浓度。

注:单位为毫克每升(mg/L)。

4 原理

活性炭中含有可溶性无机盐等杂质,溶于水后可引起水溶液电导率的变化,通过测试电导率的变化反映活性炭中可溶性无机盐含量的高低。

5 试剂或材料

采用GB/T 6682中的三级水(即蒸馏水)。

6 仪器设备

6.1 电导率仪,测量范围:0 μS/cm~105 μS/cm,误差: $\leq \pm 1.5\%$ 。

- 6.2 电热恒温干燥箱,室温~300 °C,温控精度±1 °C。
- 6.3 磨口锥形瓶,100 mL,250 mL。
- 6.4 量筒,100 mL。
- 6.5 天平,感量 0.01 g。
- 6.6 恒温水槽,恒温精度 ±0.5 °C。
- 6.7 搅拌器,须采用聚四氟乙烯搅拌头。

7 样品

取不少于 5 g 的活性炭试样于陶瓷研钵进行研磨,全部通过 75 μm 筛网后置于 150 °C 烘箱烘干至恒重,置于干燥器内冷却至室温。

8 试验步骤

8.1 仪器准备

所有与萃取液直接接触的仪器应用蒸馏水清洗干净,干燥后使用。

8.2 测定步骤

平行做两份试验。

称取 1.0 g(准确至 0.01 g)干燥处理的活性炭试样,加入到 250 mL 具塞磨口锥形瓶中,加入蒸馏水 100 mL,使样品充分湿润后置于搅拌器上,在室温下中速搅拌(150 r)30 min,过滤萃取液,弃去初滤液约 10 mL,收集余液于 100 mL 锥形瓶中,然后在 25 °C 的恒温水槽中恒温 10 min 后,用电导率仪测其电导率,直接读取电导率值。

9 试验数据处理

活性炭试样的电导率数值以微西每厘米($\mu\text{S}/\text{cm}$)表示。

计算结果以两次平行试验的算术平均值表示,相对误差不应大于 5%。

计算结果表示到小数点后一位。

10 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容:

- 试验对象;
- 所使用的标准编号;
- 所使用的方法(如果标准中包括几个方法);
- 结果;
- 观察到的异常现象;
- 试验日期。

木质活性炭试验方法 第2部分:单宁酸吸附值的测定

1 范围

本文件规定了活性炭单宁酸吸附值的测定方法。

本文件适用于木质活性炭。

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于本文件;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 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则及极限数值的表示和判定
- GB/T 9721 化学试剂 分子吸收分光光度法通则
- GB/T 33087 仪器分析用水高纯水规格及试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

活性炭浓度 the consistence of activated carbon

单位单宁酸溶液体积中活性炭的质量。

注:单位为毫克每升(mg/L)。

3.2

单宁酸吸附值 tannic value

使单宁酸浓度从20 mg/L降至2 mg/L所需的活性炭浓度。

注:单位为毫克每升(mg/L)。

4 原理

活性炭吸附前后,根据单宁酸溶液浓度的变化计算活性炭的单宁酸吸附值。

5 试剂或材料

- 5.1 除特别注明外,本文件所用试剂均为分析纯,所用水应符合GB/T 6682中规定的三级水。
- 5.2 单宁酸,CAS号:1401-55-4。
- 5.3 磷酸氢二钠,CAS号:7558-79-4。
- 5.4 磷酸, $\geq 85.0\%$,CAS号:7664-38-2。
- 5.5 二水合钨酸钠,CAS号:10213-10-2。

- 5.6 磷钼酸,CAS号:51429-74-4。
- 5.7 碳酸钠,CAS号:497-19-8。
- 5.8 缓冲溶液:称取11.1 g 磷酸氢二钠(Na_2HPO_4)溶解于1 000 mL水中,缓慢加入85%的磷酸(H_3PO_4)(约1.5 mL)使pH值达到 6.5 ± 0.1 。
- 5.9 单宁酸试验液:称取在105 °C下烘干至恒重的单宁酸标准样品0.040 g,准确至0.000 1 g,溶解于200 mL缓冲溶液(5.7)中,移入至2 L容量瓶,用缓冲溶液稀释至刻度,摇匀。此单宁酸溶液浓度为20 mg/L。此溶液需现配现用。
- 5.10 显色剂-单宁酸木质素试剂:称取100 g 二水合钨酸钠($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),20 g 磷钼酸($12\text{MoO}_3 \cdot \text{H}_3\text{PO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$)和50 mL 85%磷酸(H_3PO_4)溶解于750 mL蒸馏水中,置于烧瓶中,回流煮沸2 h,待冷却后移入1 L容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀,保存于试剂瓶内。
- 5.11 碳酸钠溶液:称取100 g 碳酸钠(Na_2CO_3)溶解于250 mL温热蒸馏水中,待全部溶解后,冷却至室温,移入500 mL容量瓶,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀,保存于带橡皮塞的试剂瓶内。

6 仪器设备

- 6.1 可见分光光度计,符合GB/T 9721规定的可见分光光度计要求。
- 6.2 天平:感量0.000 1 g。
- 6.3 电热恒温干燥箱:温控精度 ± 1 °C。
- 6.4 搅拌器:磁力搅拌器或电动搅拌器。

7 样品

取不少于1 g的活性炭试样进行研磨,全部通过75 μm 筛网后置于150 °C烘箱烘干至恒重,置于干燥器内冷却至室温。

8 试验步骤

- 8.1 称取试样活性炭0.020 g,准确至0.000 1 g,置于250 mL烧杯中。
- 8.2 准确量取单宁酸试验液200 mL加入上述烧杯,此时活性炭浓度(M)为100 mg/L。
- 8.3 将上述活性炭和单宁酸试验液在转速为100 r的搅拌器中搅拌1 h。
- 8.4 立即用中速定性滤纸过滤,去除初滤液约10 mL,并取100 mL滤液供分析。
- 8.5 称取试样活性炭0.040 g、0.060 g、0.080 g,准确至0.000 1 g,分别加入单宁酸试验溶液200 mL,然后按照8.3、8.4同样操作。
- 8.6 吸光度的测定

用移液管吸取滤液(8.4、8.5)25 mL于50 mL烧杯中,加入1 mL显色剂-单宁酸木质素试剂,混合均匀,5 min后加入5 mL碳酸钠溶液,混合均匀。等待10 min让其完全显色,然后立即用可见分光光度计在波长600 nm处,以缓冲溶液为参比液,测定其吸光度 E_i ($i=1, 2, 3, \dots$)。

对于较小的活性炭剂量应使用1 cm比色皿,较高的剂量应使用5 cm比色皿。一般,当滤液在1 cm比色皿中的吸光度小于0.1时,使用5 cm的比色皿,但所测得的吸光度 $E_{5\text{ cm}}$ 值要使用式(2.1)计算成使用1 cm比色皿所测得吸光度 $E_{1\text{ cm}}$ 。

$$E_{1\text{ cm}} = \frac{E_{5\text{ cm}}}{E_{1\text{ cm}}} \quad \dots \dots \dots \quad (2.1)$$

9 试验数据处理

在直角坐标上作单宁酸溶液浓度与吸光度的对照图(见附录 A)。由滤液吸光度 E_i 在图中(见附录 A)找出单宁酸溶液剩余浓度 C_i (mg/L), 以初浓度(20 mg/L)减去 C_i 得单宁酸被吸附浓度 X_i (mg/L); 求出 $(X/M)_i$ (M : 活性炭浓度, 见 8.2)。在双对数坐标上, 以 $(X/M)_i$ 为纵坐标, C_i 为横坐标, 绘制活性炭吸附等温线, 在图中横坐标 2 mg/L 处作垂直线与吸附等温线相交, 查得交点的 $(X/M)_{C_i=2 \text{ mg/L}}$ 值。

单宁酸吸附值以 M_T 计, 数值以毫克每升(mg/L)表示, 按下列式(2.2)计算:

$$M_T = \frac{(20 - 2)}{(X/M)_{C_i=2 \text{ mg/L}}} \quad \dots \dots \dots \quad (2.2)$$

式中：

M_T ——单宁酸吸附值,单位为毫克每升(mg/L);

20—2 ——单宁酸浓度从 20 mg/L 降至 2 mg/L, 即活性炭吸附前后单宁酸溶液浓度的变化值, 单位为毫克每升(mg/L);

$(X/M)_{C_i=2 \text{ mg/L}}$ ——单宁酸溶液剩余浓度为 2 mg/L 时,单位浓度活性炭吸附的单宁酸浓度,单位为毫克每升(mg/L)。

计算结果以两次平行试验的算术平均值表示,相对误差不应大于 5%。

计算结果表示到小数点后一位。

单宁酸吸附值的计算示例见附录 B。

10 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
 - 所使用的标准编号；
 - 所使用的方法(如果标准中包括几个方法)；
 - 结果；
 - 观察到的异常现象；
 - 试验日期。

附录 A

(资料性)

单宁酸浓度与溶液吸光度对照图的绘制方法

取 20 mg/L 的单宁酸 10 mL、20 mL、40 mL 和 70 mL, 加缓冲溶液稀释至 100 mL, 加入 2 mL 单宁酸木质素试剂, 混合均匀, 5 min 后加入 10 mL 碳酸钠溶液, 混合均匀, 等待 10 min 让其完全显色, 然后采用可见分光光度法以缓冲溶液为参照液, 在 600 nm 波长下分别测取四种溶液的吸光度。得到单宁酸浓度与吸光度的关系如图 A.1 所示, 两者成良好直线关系。

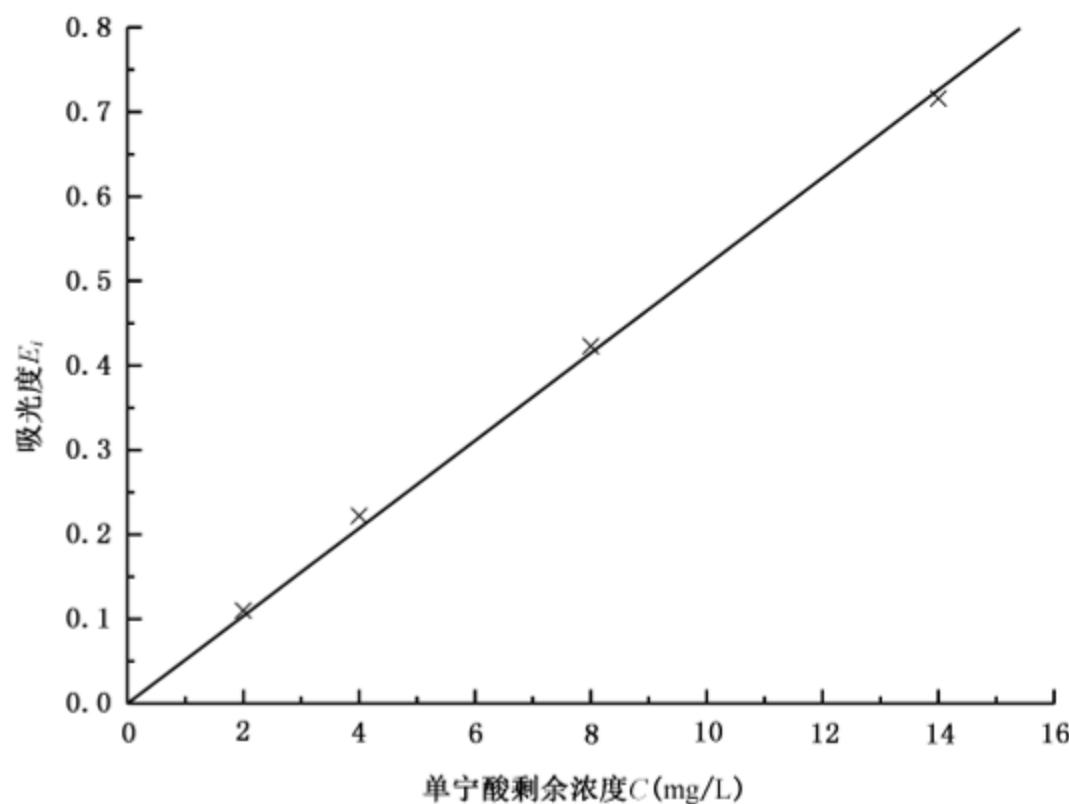


图 A.1 单宁酸浓度与溶液吸光度对照图

附录 B

(资料性)

称取活性炭试样 0.020 g、0.040 g、0.060 g、0.080 g, 精确至 0.0001 g, 分别加入单宁酸试验溶液(5.8)200 mL, 经搅拌吸附、过滤、显色、测量滤液吸光度 E_i , 由单宁酸浓度与溶液吸光度对照图求出剩余浓度 C_i (附录 A); 以初浓度(20 mg/L)减去剩余浓度 C_i 得单宁酸吸附浓度 X_i (mg/L); 计算出 $(X/M)_i$, 数据列于表 B.1。在双对数坐标上, 以 $(X/M)_i$ 为纵坐标, C_i 为横坐标, 绘制活性炭吸附等温线(如图 B.1), 在图中横坐标 2 mg/L 处作垂线与等温线相交, 纵坐标上得出交点的 $(X/M)_{C_i=2 \text{ mg/L}}$ 值为 0.128, 计算得出活性炭单宁酸吸附值 M_T , 见式(B.1):

注：由单宁酸吸附值的定义，活性炭应吸附的单宁酸浓度 X 为 18 mg/L。

表 B.1 活性炭单宁酸吸附值测定数据

样品名称	M 活性炭浓度 mg/L	E_i 滤液吸光度	单宁酸 初浓度 mg/L	C_i 单宁酸剩余 浓度 mg/L	X_i 单宁酸被 吸附浓度 mg/L	$(X/M)_i$	$(X/M)_{C_i=2 \text{ mg/L}}$	M_T 单宁酸 吸附值 mg/L
ZnCl ₂ 法活性炭	100	0.181	20	3.49	16.51	0.166	0.128	141
	200	0.055		1.06	18.94	0.095		
	300	0.031		0.60	19.40	0.065		
	400	0.020		0.39	19.61	0.049		

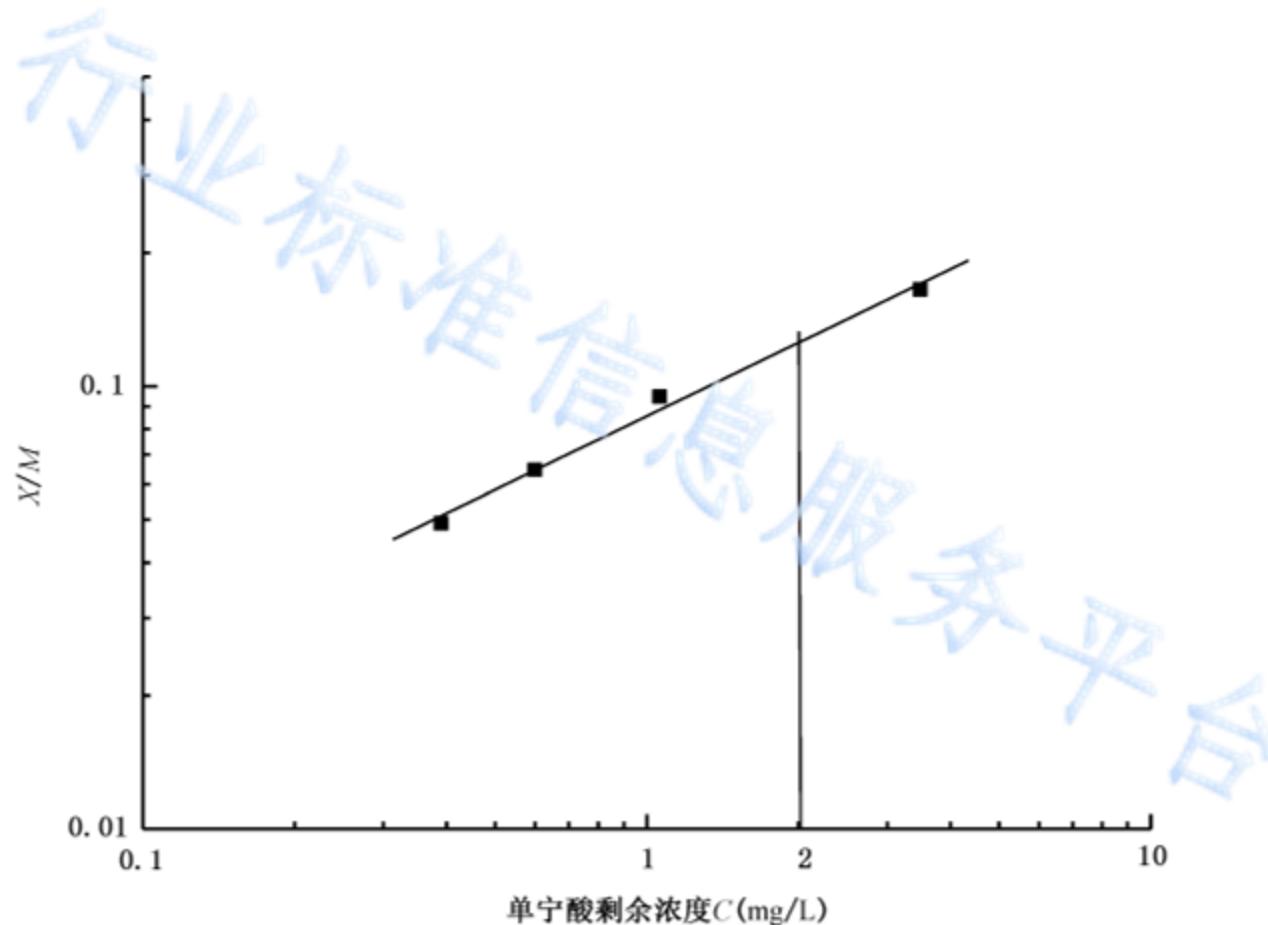


图 B.1 活性炭吸附等温线

木质活性炭试验方法 第3部分:氯化物和硫酸盐含量的测定 离子色谱法

1 范围

本文件规定了木质活性炭中氯化物和硫酸盐含量的测定方法。

本文件适用于木质活性炭,也适用于煤质活性炭。

本文件氯化物检出限为 $11.5 \mu\text{g/L}$ (以 Cl^- 计),硫酸盐检出限为 $31.9 \mu\text{g/L}$ (以 SO_4^{2-} 计)。

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于本文件;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 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则及极限数值的表示和判定
- GB/T 9721 化学试剂分子吸收分光光度法通则
- GB/T 33087 仪器分析用水高纯水规格及试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

活性炭浓度 the consistence of activated carbon

单位单宁酸溶液体积中活性炭的质量。

注:单位为毫克每升(mg/L)。

3.2

单宁酸吸附值 tannic value

使单宁酸浓度从 20 mg/L 降至 2 mg/L 所需的活性炭浓度。

注:单位为毫克每升(mg/L)。

4 原理

采用离子色谱法测定活性炭中溶于水的氯离子(Cl^-)和硫酸根离子(SO_4^{2-})的含量。

5 试剂或材料

- 5.1 超纯水,电阻率不低于 $18.2 (\text{m}\Omega \cdot \text{cm})$,符合 GB/T 33087 规定的色谱仪器用水要求。
- 5.2 淋洗贮备液, $50\% \text{ w/w NaOH}$ (色谱纯)水溶液,室温下保存。
- 5.3 淋洗液,取 1.6 mL 淋洗贮备液(5.2)置于 1000 mL 容量瓶中,用超纯水稀释到标线摇匀,溶液浓

度为 30 mmol/L。

5.4 氯离子标准液,国家标准物质[GBW(E)080268],冰箱中 4 ℃冷藏保存。

5.5 硫酸根离子标准液,国家标准物质[GBW(E)080266],冰箱中 4 ℃冷藏保存。

6 仪器设备

6.1 离子色谱仪,配电导检测器、阴离子交换色谱柱和阴离子抑制器。

6.2 超声波清洗器,超声电功率 300 W,工作频率 40 kHz。

6.3 超纯水系统。

6.4 水性滤膜,0.22 μm 。

6.5 分析天平,感量 0.000 1 g。

6.6 盘式振动研磨机。

6.7 电热恒温干燥箱,室温~300 ℃;温控精度±1 ℃。

6.8 中速定性滤纸。

7 样品

取不少于 1 g 的活性炭试样进行研磨,全部通过 75 μm 筛网后置于 150 ℃烘箱烘干至恒重,置于干燥器内冷却至室温。

称取干燥试样 0.250 g(准确至 0.000 1 g)于 100 mL 锥形瓶中,加入超纯水 50 mL,在(50±2)℃超声萃取 15 min,过滤至 100 mL 容量瓶中,滤渣用 50 ℃超纯水洗涤 10 次,每次 2 mL,冷却至室温,定容摇匀。取适量上述溶液经水性滤膜过滤后方可进行色谱测定。

8 试验步骤

8.1 标准溶液配制

8.1.1 氯离子标准稀释液(200 mg/L):取 20 mL 氯离子标准液,超纯水定容至 100 mL。

8.1.2 硫酸根离子标准稀释液(200 mg/L):取 20 mL 硫酸根离子标准液,超纯水定容至 100 mL。

8.1.3 氯离子标准工作曲线溶液:分别取标准稀释液 0.05 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL、25.0 mL,超纯水均定容至 100 mL,获得浓度分别为 0.1 mg/L、2.0 mg/L、4.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、50.0 mg/L 的氯离子标准工作溶液。

8.1.4 硫酸根离子标准工作曲线溶液:分别取标准稀释液 0.05 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL、25.0 mL,超纯水均定容至 100 mL,获得浓度分别为 0.1 mg/L、2.0 mg/L、4.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、50.0 mg/L 的硫酸根离子标准工作溶液。

8.1.5 氯离子和硫酸根离子标准混合工作曲线溶液:分别各取氯离子和硫酸根离子标准稀释液 0.05 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL、25.0 mL,超纯水均定容至 100 mL,获得浓度分别为 0.1 mg/L、2.0 mg/L、4.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、50.0 mg/L 的硫酸根离子标准工作溶液。

8.2 色谱条件

8.2.1 色谱柱柱温,35 ℃。

8.2.2 检测器温度,35 ℃。

8.2.3 进样量,25 μL 。

8.2.4 淋洗液流速,1.5 mL/min。

8.3 标准工作曲线的绘制

8.4 试样测定

试验测定的色谱条件与标准工作曲线相同,使用外标法定量。如试样溶液中待测物的含量大于标准工作曲线溶液浓度上限,应将试样溶液适当稀释至其浓度位于标准工作曲线溶液浓度范围内。标准混合工作溶液和试样的色谱图见附录 A。

氯化物(以 Cl^- 计)和硫酸盐(以 SO_4^{2-} 计)的含量以 X 计, 数值以%表示, 按式(3.1)计算:

$$X = \frac{Y \times V}{m \times 10^6} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (3.1)$$

式中：

X ——氯化物或者硫酸盐的含量；

Y ——由标准工作曲线得到的试样溶液中氯化物或者硫酸盐的含量,单位为毫克每升(mg/L);

V ——试样溶液定容体积,单位为毫升(mL);

m —— 干燥恒重试样的质量, 单位为克(g)。

计算结果以两次平行试验的算术平均值表示,相对误差不应大于 5%。

计算结果表示到小数点后两位。

10 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试验对象；

——所使用的标准编号；

——所使用的方法(如果标准中包括几个方法);

——结果：

——观察到的异常现象：

——试验日期。

附录 A
(资料性)
木质活性炭中氯化物和硫酸盐测定的色谱图

木质活性炭中氯化物和硫酸盐测定的色谱图见图 A.1 和图 A.2。

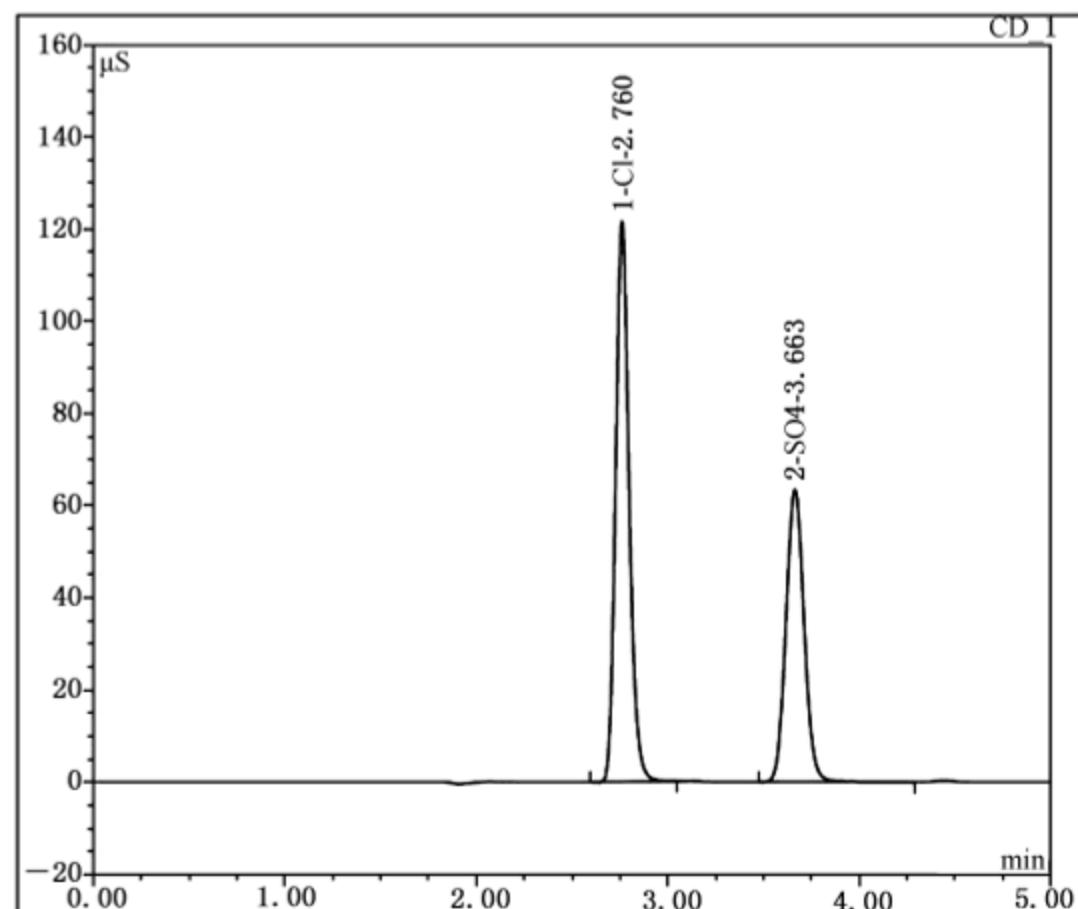


图 A.1 氯离子和硫酸根离子标准混合液的离子色谱图

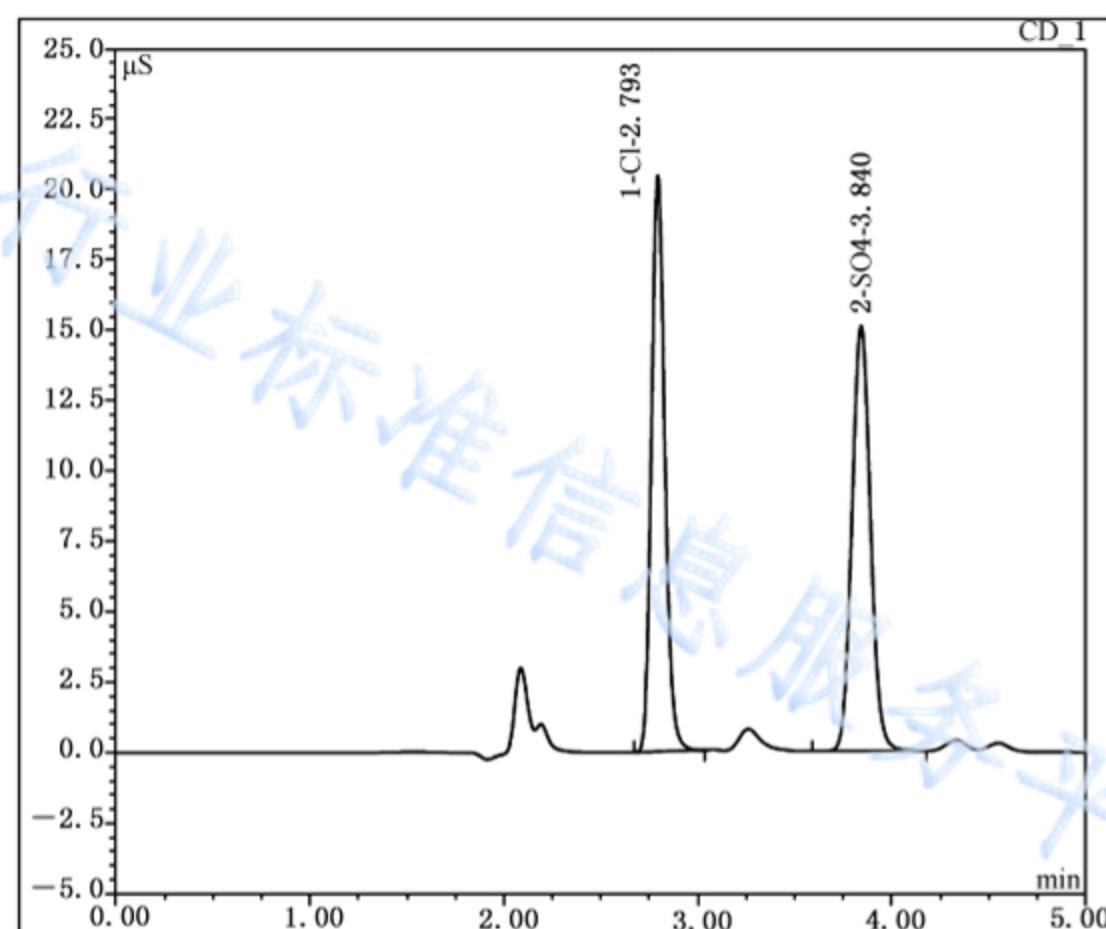


图 A.2 木质活性炭样品的离子色谱图

木质活性炭试验方法 第4部分:铅含量的测定

1 范围

本文件规定了木质活性炭中铅含量的测定方法。

本文件适用于木质活性炭。

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于本文件;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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则及极限数值的表示和判定

GB/T 9721 化学试剂分子吸收分光光度法通则

GB/T 33087 仪器分析用水高纯水规格及试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

活性炭浓度 the consistence of activated carbon

单位单宁酸溶液体积中活性炭的质量。

注: 单位为毫克每升(mg/L)。

3.2

单宁酸吸附值 tannic value

使单宁酸浓度从 20 mg/L 降至 2 mg/L 所需的活性炭浓度。

注: 单位为毫克每升(mg/L)。

4 原理

4.1 比浊法

利用溶液中铅离子与硫化钠反应生成硫化铅沉淀的化学反应原理,分析活性炭溶解在水溶液中的铅离子与硫化钠溶液反应后溶液浊度的变化。

4.2 原子吸收光谱法

试样中的铅离子经提取液提取后,利用在一定浓度范围内铅离子的吸光度与其元素含量成正比例关系,分析活性炭试样中溶于水的铅离子含量。

5 比浊法

5.1 试剂和材料

- 本方法使用 GB/T 6682 规定的三级水,所列试剂除特殊规定外,均指分析纯试剂。
- 5.1.1 溴水,CAS 号:7726-95-6。
 - 5.1.2 丙三醇,CAS 号:56-81-5。
 - 5.1.3 盐酸,CAS 号:7647-01-0。
 - 5.1.4 冰乙酸,CAS 号:64-19-7。
 - 5.1.5 硫化钠,CAS 号:1313-84-4。
 - 5.1.6 硝酸溶液(2%):取 20.0 mL 硝酸加入 100 mL 水中,稀释至 1 000 mL。
 - 5.1.7 硝酸溶液(1+1):量取 100 mL 硝酸,缓慢注入 100 mL 水中,混合均匀。
 - 5.1.8 盐酸溶液(1+9):量取 10 mL 盐酸,缓慢注入 90 mL 水中,混合均匀。
 - 5.1.9 冰乙酸溶液(1+16):量取 10 mL 冰乙酸,缓慢注入 160 mL 水中,混合均匀。
 - 5.1.10 硫化钠溶液:称取硫化钠 5 g(准确到 1.0 mg),加水 10 mL、丙三醇 30 mL 溶解混匀后装入棕色滴瓶。置于阴凉干燥处,避光密闭保存(如出现浑浊应重新配制)。
 - 5.1.11 金属铅(Pb)标准样品,纯度为 99.99% 或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。
 - 5.1.12 铅标准储备液(1 g/L):准确称取 1.000 g 金属铅(99.99%),分次加少量硝酸溶液(1+1),加热溶解,总量不超过 37 mL,移入 1 000 mL 容量瓶,加水至刻度,混匀。此溶液每毫升含 1.0 mg 铅;或购买经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。
 - 5.1.13 铅标准使用液(0.01 g/L):吸取铅标准储备液(1 g/L)10.0 mL 于 100 mL 容量瓶内,加入硝酸溶液(2%)定容至刻度。稀释成每升含 0.01 g 铅的标准使用液。

5.2 样品

5.2.1 样品制备

取不少于 1 g 的活性炭试样进行研磨,全部通过 75 μm 筛网后置于 150 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱烘干至恒重,置于干燥器内冷却至室温。

5.2.2 样品处理

称取经干燥的试样 1.0 g(准确至 0.01g)置于 100 mL 锥形瓶中,加盐酸溶液(1+9)12 mL,溴水 5 mL,使试样完全浸湿,加热缓和煮沸 5 min,稍冷,过滤于 100 mL 锥形瓶中,用热水分次洗涤滤渣,滤液和洗液合并,缓和加热此溶液使蒸发至干,待用。

5.3 试验步骤

5.2.2 的锥形瓶中加入冰乙酸溶液(1+16)3 mL,在温水中加热溶解后,移入 50 mL 比色管中,加硫化钠溶液(5.1.8)1 滴,稀释至 50 mL,摇匀,放置 10 min 后,呈现浑浊黑色。

5.4 结果表述

浑浊液之黑色不深于 3 mL 铅标准溶液(0.01 g/L),视为活性炭中铅元素含量合格。

6 原子吸收光谱法

6.1 试剂和材料

火焰原子吸收法使用 GB/T 6682 规定的二级水;石墨炉原子吸收法使用 GB/T 6682 规定的一级

水,所列试剂除特殊规定外,均指优级纯试剂。

- 6.1.1 硝酸溶液(2%):取 20.0 mL 硝酸加入 100 mL 水中,稀释至 1 000 mL。
- 6.1.2 硝酸溶液(1+1):量取 100 mL 硝酸,缓慢注入 100 mL 水中,混合均匀。
- 6.1.3 磷酸氢二铵溶液(20 g/L):称取 2.0 g 优级纯磷酸氢二铵,以水溶解稀释至 100 mL。
- 6.1.4 金属铅(Pb)标准样品,纯度为 99.99% 或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。
- 6.1.5 铅标准储备液(1 g/L):准确称取 1.000 g 金属铅(99.99%),分次加少量硝酸溶液(1+1),加热溶解,总量不超过 37 mL,移入 1 000 mL 容量瓶,加水至刻度,混匀。此溶液每毫升含 1.0 mg 铅。或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。
- 6.1.6 铅标准使用液(0.1 g/L):吸取铅标准储备液(1 g/L)10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,加硝酸溶液(2%)定容至刻度。
- 6.1.7 铅标准使用液(0.01 g/L):吸取铅标准储备液(1 g/L)10.0 mL 于 100 mL 容量瓶内,加入硝酸溶液(2%)定容至刻度。稀释成每升含 0.01 g 铅的标准使用液。

6.2 仪器设备

- 6.2.1 原子吸收分光光度计:附火焰原子化器、石墨炉原子化器和铅空心阴极灯,带有背景扣除装置。
- 6.2.2 电热板:室温~350 °C,温度可调。
- 6.2.3 分析天平:感量 0.1 mg 和 1.0 mg。
- 6.2.4 研钵:瓷或玛瑙等材质。
- 6.2.5 电热鼓风干燥箱:室温~300 °C 可调,温控精度±1 °C。
- 6.2.6 短颈漏斗:φ75 mm。
- 6.2.7 中速定性滤纸:φ15 mm。

注: 所用玻璃器皿均需以硝酸溶液(1+4)浸泡 24 h 以上,用水反复冲洗,最后用去离子水冲洗干净。

6.3 样品

6.3.1 样品制备

取不少于 1 g 的活性炭试样若干进行研磨,全部通过 75 μm 筛后置于 150 °C 烘箱烘干至恒重,置于干燥器内冷却至室温。

6.3.2 样品处理

6.3.2.1 称取经干燥的试样 0.2 g~2.5 g(火焰原子吸收法称取 0.5 g~2.5 g,石墨炉原子吸收法称取 0.2 g~0.5 g;小于 1 g 时精确至 0.000 1 g,大于 1 g 精确至 0.001 g)于 100 mL 三角瓶中,加入 25 mL 硝酸溶液(1+1),盖上表面皿,置于电热板上,微沸 30 min。

6.3.2.2 将溶液趁热使用漏斗和滤纸过滤至另一个三角瓶中,滤料及使用的器皿用 75 °C 以上的热硝酸溶液(1+1)进行洗涤,将洗涤液合并过滤到滤液中,洗涤次数不少于 3 次。将盛有滤液的三角瓶置于将电热板上加热除酸,温度逐步升高至 300 °C,将滤液挥发至近干,使用硝酸溶液(2%)将提取液转移至 10 mL(石墨炉原子吸收法转移至 25 mL)容量瓶中,定容待测。

6.3.2.3 与样品同时做空白试验。

6.4 试验步骤

6.4.1 火焰原子吸收法

6.4.1.1 仪器条件

根据使用的仪器型号将仪器调至最佳状态。火焰原子吸收法的测定参考条件如下:

——波长 217.0 nm, 灯电流 2 mA~10 mA, 光谱带宽 0.5 nm~1 nm;
——空气乙炔火焰, 空气 8.0 L/min, 乙炔 2.0 L/min;
——燃烧器高度, 7 mm;
——背景校正为氘灯、自吸收或塞曼效应。

6.4.1.2 工作曲线的绘制

分别吸取铅标准使用液(100 mg/L)0.0 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL于100 mL容量瓶中,使用硝酸溶液(2%)定容至刻度,摇匀。在6.4.1.1确定的仪器工作条件下,以水调整仪器零点,测定上述标准系列溶液的吸光度,以浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6.4.1.3 样品测定

在 6.4.1.1 确定的仪器工作条件下, 测定空白和样品溶液的吸光度, 然后由工作曲线计算溶液中铅的浓度。

6.4.2 石墨炉原子吸收法

6.4.2.1 仪器条件

根据所用仪器型号将仪器调至最佳状态。石墨炉原子吸收法测定参考条件如下：

- 波长 283.3 nm, 灯电流 2 mA~10 mA, 光谱带宽 0.5 nm;
- 干燥温度 100 °C~120 °C, 20 s~40 s;
- 灰化温度 400 °C~500 °C, 10 s~20 s;
- 原子化温度 1 800 °C~2 200 °C, 3 s~5 s;
- 背景校正为氘灯、自吸收或塞曼效应。

6.4.2.2 工作曲线的绘制

分别吸取铅标准使用液(100 mg/L)0.0 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL于100 mL容量瓶中,使用硝酸溶液(2%)定容至刻度,摇匀。在6.4.2.1确定的仪器工作条件下,注入10 μ L上述标准系列溶液和5 μ L磷酸氢二铵溶液(2%)到石墨炉原子化器中,测定标准系列溶液的吸光度,以浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6.4.2.3 样品测定

在 6.4.2.1 确定的仪器工作条件下, 分别注入 10 μL 空白和样品溶液到石墨炉中, 同时注入 5 μL 磷酸氢二铵溶液, 测定空白样品和样品的吸光度, 然后由工作曲线计算溶液中铅的浓度。

6.5 试验数据处理

6.5.1 火焰原子吸收法

铅含量含量以 X 计, 数值以毫克每千克(mg/kg)表示, 按式(4.1)计算:

$$X = \frac{(c_1 - c_0) \times V}{m} \quad \dots \dots \dots \quad (4.1)$$

式中：

X ——试样中铅含量, 单位为毫克每千克(mg/kg);

c_1 ——测定样液中铅含量,单位为毫克每升(mg/L);

c_0 ——空白液中铅含量,单位为毫克每升(mg/L);

V ——试样消化液定量总体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量, 单位为克(g)。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示,相对误差不应大于 15%。

计算结果保留两位有效数字。

6.5.2 石墨炉原子吸收法

铅含量以 X 计, 数值以毫克每千克(mg/kg)表示, 按式(4.2)计算:

$$X = \frac{(c_1 - c_0) \times V}{m \times 1\,000} \quad \dots \dots \dots \quad (4.2)$$

式中：

X ——试样中铅含量, 单位为毫克每千克(mg/kg);

c_1 ——测定样液中铅含量,单位为毫克每升(mg/L);

c_0 ——空白液中铅含量,单位为毫克每升(mg/L);

V ——试样消化液定量总体积,

m ——试样质量,

1 000——换算系数。

计算结果以重复性条件下获得

本方法检出限:火焰原子吸收法(按照称样 2.5 g,定容体积 10 mL 计算)为 1 mg/kg;石墨炉原子吸收法(按照称样 0.2 g,定容体积 25 mL 计算)为 0.1 mg/kg。

二十九

试验报告至少应给出以下几个方面的内容

试验报告单

所使用的标准编目

—所使用的标准编号;
—所使用的办法(如果标准中包括几个办法);

——结果，

——观察到的异常现象：

——试验日期。

木质活性炭试验方法 第5部分:苯吸附率的测定

1 范围

本文件规定了活性炭静态苯吸附率的测定方法。

本文件适用于木质活性炭,也适用于煤质活性炭。

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于本文件;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 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则及极限数值的表示和判定
- GB/T 9721 化学试剂分子吸收分光光度法通则
- GB/T 33087 仪器分析用水高纯水规格及试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

活性炭浓度 the consistence of activated carbon

单位单宁酸溶液体积中活性炭的质量。

注:单位为毫克每升(mg/L)。

3.2

单宁酸吸附值 tannic value

使单宁酸浓度从20 mg/L降至2 mg/L所需的活性炭浓度。

注:单位为毫克每升(mg/L)。

4 原理

根据活性炭在一定温度下吸附苯蒸气前后的质量变化计算活性炭的苯吸附率。

5 试剂或材料

苯,GB/T 690,分析纯,CAS号:71-43-2。

6 仪器设备

6.1 吸附仪:由无色玻璃制成,外观要求无气泡及其他明显缺陷。玻璃熔接处不应有明显的熔接堆及

皱折, 吸附仪为磨口连接。

吸附仪整体为一个密闭容器, 见图 5.1。

单位为毫米

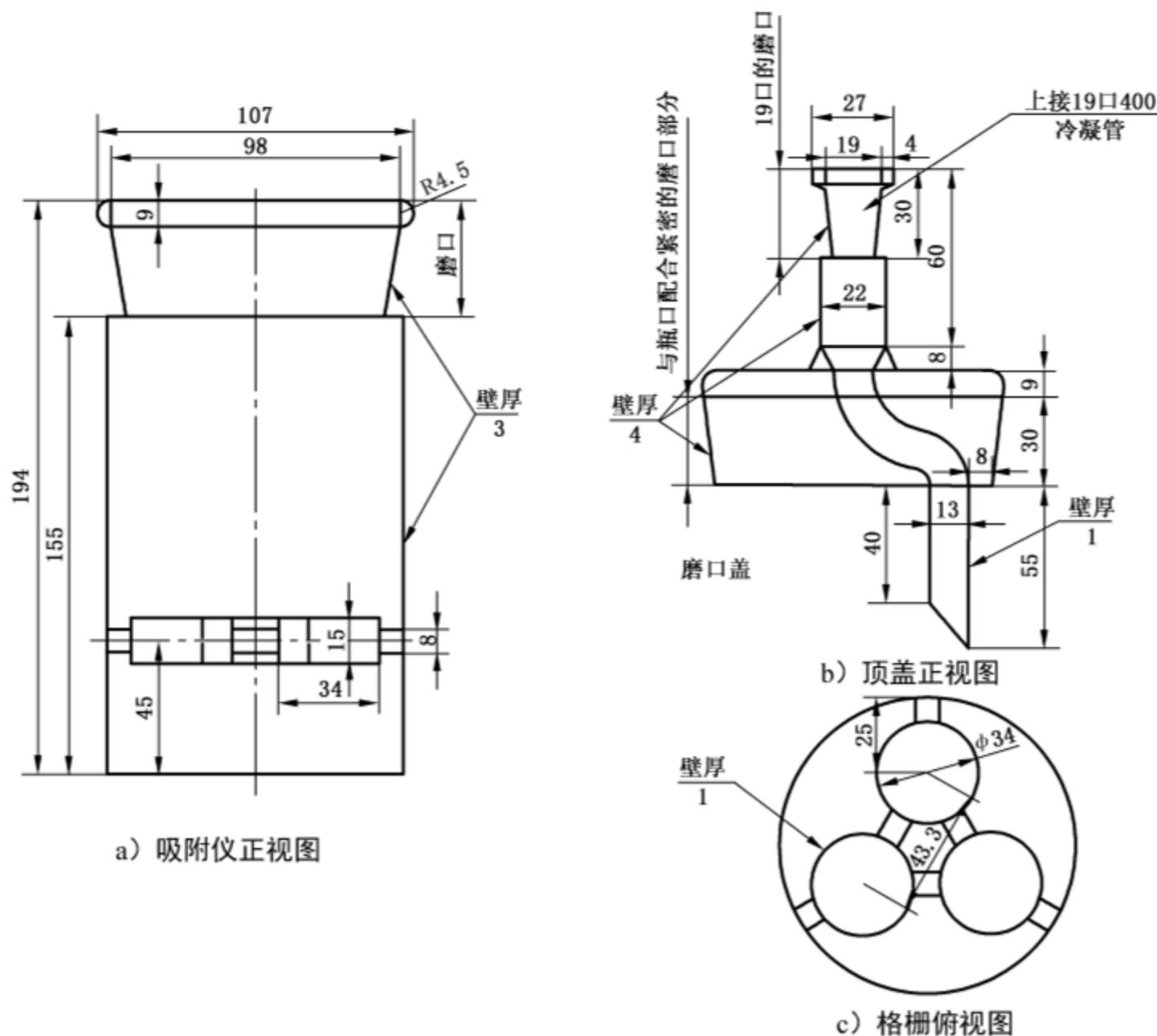


图 5.1 吸附仪

6.2 恒温箱, 温度范围 $0\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 150\text{ }^{\circ}\text{C}$, 精度 $\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.3 高型称量瓶, 直径为 25 mm, 高度为 40 mm。

6.4 分析天平, 感量 0.1 mg。

7 样品

取不少于 1 g 的活性炭试样置于 $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘箱烘干至恒重, 置于干燥器内冷却至室温。

8 试验步骤

平行做两份试验。

称取干燥试样 1.000 g(准确至 0.000 1 g)立即放入预先恒重的高型称量瓶中, 试样平铺于高型称量瓶的底面。

在通风橱中量取 100 mL 莱加入到吸附仪中。将装有试样的高型称量瓶放入吸附仪的格栅上, 并将吸附仪置于恒温箱在(25 ± 1) $^{\circ}\text{C}$ 条件下吸附 24 h, 将高型称量瓶盖上盖子、取出、称重。

9 试验数据处理

苯吸附率以 X 计, 数值以毫克每克(mg/g)表示, 按式(5.1)计算:

式中：

X ——苯吸附率,单位为毫克每克(mg/g);

m_1 ——吸附前试样和称量瓶的质量,单位为克(g);

m_2 ——吸附 24 h 试样和称量瓶的质量, 单位为克(g);

m_3 ——称量瓶的质量,单位为克(g)。

计算结果以两次平行试验的算术平均值表示,相对误差不应大于 5%。

计算结果表示到小数点后两位。

10 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
 - 所使用的标准编号；
 - 所使用的方法(如果标准中包括几个方法)；
 - 结果；
 - 观察到的异常现象；
 - 试验日期。

中华人民共和国林业

行业标准

木质活性炭试验方法

LY/T 1616—2022

*

中国标准出版社出版发行

北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)

北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.5 字数 45 千字

2022年12月第一版 2022年12月第一次印刷

*

书号: 155066 · 2-37100 定价 30.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68510107



LY/T 1616-2022



码上扫一扫 正版服务到