



中华人民共和国国家标准

GB/T 12496.19—2015
代替 GB/T 12496.19—1999

木质活性炭试验方法 铁含量的测定

Test methods of wooden activated carbon—
Determination of iron content

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 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 12496.19—1999《木质活性炭试验方法 铁含量的测定》，与 GB/T 12496.19—1999 相比，主要技术内容变化如下：精确了铁标准溶液配制操作步骤。

本标准由国家林业局提出并归口。

本标准起草单位：中国林业科学研究院林产化学工业研究所、中国林科院林产化工研究所南京科技开发总公司。

本标准主要起草人：龚建平、张天健、戴伟娣、张燕萍、陈超、许玉、贾羽洁。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 12496.8—1990；

——GB/T 12496.19—1999。

木质活性炭试验方法 铁含量的测定

1 范围

本标准规定了木质活性炭铁含量的试验方法。

本标准适用于木质类活性炭。

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—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9721—2006 化学试剂 分子吸收分光光度计法通则(紫外和可见光部分)

3 第一法 硫氰酸铵法

3.1 方法原理

用过硫酸铵作为氧化剂,硫氰酸铵作为显色剂,与铁(Fe^{3+})形成红色络合物,用目视比色法测定铁含量。

3.2 仪器

分析天平:感量为 0.000 1 g。

3.3 试剂和溶液

3.3.1 盐酸(GB/T 622),1+9。

3.3.2 过硫酸铵(GB/T 655),10 g/L 过硫酸铵溶液。

3.3.3 硫氰酸铵(GB/T 660),80 g/L 硫氰酸铵溶液。

3.3.4 0.01 mg/mL 铁标准溶液

称取 0.863 4 g 硫酸铁铵 $[\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ (GB/T 1279)溶于水,加入 2.5 mL 浓硫酸,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至标线,摇匀,此溶液含 Fe^{3+} 0.1 mg/mL。使用时,准确移取 100.0 mL 上述溶液,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至标线,摇匀,此溶液含 Fe^{3+} 0.01 mg/mL。

3.4 操作方法

3.4.1 称取经粉碎至 $\leq 71 \mu\text{m}$ (通过 200 目筛)的试样 1.00 g(准确至 10 mg),置于 100 mL 锥形烧瓶中,加“1+9”盐酸溶液 25 mL,缓和煮沸 5 min。稍冷却后过滤于 100 mL 容量瓶中,用热水分次洗涤滤渣,滤液和洗液合并,冷却至室温,稀释至标线。准确移取上述滤液 10.0 mL 于 50 mL 比色管中,加过硫酸铵溶液 5.0 mL,硫氰酸铵溶液 5.0 mL,稀释至 50 mL,摇匀,放置 10 min 后所呈红色与铁标准溶液(3.3.4)与试验液同时同样处理所呈的红色相对照。

3.4.2 铁标准溶液处理:准确移取铁标准溶液适量,加过硫酸铵溶液 5.0 mL,硫氰酸铵溶液(3.3.3) 5.0 mL,稀释至 50 mL,摇匀。放置 10 min 后与 3.4.1 试样所呈颜色相比较直至颜色与 3.4.1 所呈颜色完全一致。记录所取铁标准溶液的体积数。

3.5 结果表述

若试样颜色与 1 mL 铁标准溶液显色相符,则试样铁含量为 0.01%;若与 2 mL 铁标准溶液显色相符则试样含铁量为 0.02%,依此类推。

4 第二法 1,10-菲啰啉(邻菲啰啉)分光光度法

4.1 方法原理

用盐酸羟胺作为还原剂,用乙酸-乙酸钠缓冲溶液调节 pH4.5,亚铁(Fe^{2+})与 1,10-菲啰啉生成橘红色络合物,用分光光度计于 510 nm 波长下测定其吸光度。

4.2 仪器

分光光度计:符合 GB/T 9721—2006 之规定。

4.3 试剂和溶液

本方法用水应符合 GB/T 6682—2008 中三级水规格,所用试剂除特殊规定外,均指分析纯试剂。

4.3.1 盐酸(GB/T 622),1+9。

4.3.2 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH=4.5)

称取 16.4 g 无水乙酸钠(GB/T 694),与 8.4 mL 冰乙酸(GB/T 676)混合,加水溶解后稀释至 100 mL。

4.3.3 盐酸羟胺溶液

称取 1.0 g 盐酸羟胺(GB/T 6685)溶于 100 mL 水中。

4.3.4 1,10-菲啰啉溶液

称取 0.50 g 1,10-菲啰啉(GB/T 1293)溶于 10 mL 乙醇,加 90 mL 水混匀,保存在阴暗处。如溶液着色,应重新配制。

4.3.5 硫酸亚铁铵溶液

0.01 mg/mL 铁标准溶液:称取 0.702 g 硫酸亚铁铵 $[\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2 \cdot \text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ (GB/T 661)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,摇匀。从中准确移取 100.0 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,稀释至标线,此溶液含 Fe^{2+} 0.01 mg/mL。

4.4 操作步骤

4.4.1 标准曲线的绘制

分别吸取铁标准溶液 0 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL、6.0 mL、7.0 mL 于 8 只 50 mL 容量瓶中,加入乙酸-乙酸钠缓冲溶液 5.0 mL,盐酸羟胺溶液 2.5 mL,1,10-菲啰啉溶液 1.0 mL,用水稀释至标线,摇匀,放置 10 min 后用光径 1 cm 的比色皿在分光光度计中测定其在 510 nm 波长下的吸光度。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。

4.4.2 试样的测定

称取经粉碎至 $\leq 71 \mu\text{m}$ (通过 200 目筛)的干燥试样 1.0 g(准确至 10 mg),置于 100 mL 锥形烧瓶

中,加“1+9”盐酸 25 mL,缓和煮沸 5 min,稍冷后过滤于 100 mL 容量瓶中,并用热水分次洗涤滤渣,滤液和洗液合并,冷却至室温后稀释至标线。取滤液 10.0 mL 于 50 mL 容量瓶中,加入乙酸-乙酸钠缓冲溶液 5.0 mL,盐酸羟胺溶液 2.5 mL,1,10-菲啰啉溶液 1.0 mL,稀释至标线,摇匀。放置 10 min 呈颜色反应,用光径为 1 cm 的比色皿在分光光度计中于 510 nm 波长下测定其吸光度。

4.5 结果表述

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

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

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体积, 单位为毫升(mL);

m —— 试样质量, 单位为克(g)。