



中华人民共和国国家标准

GB/T 12496.8—2015
代替 GB/T 12496.8—1999

木质活性炭试验方法 碘吸附值的测定

Test methods of wooden activated carbon—
Determination of iodine number

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 12496.8—1999《木质活性炭试验方法 碘吸附值的测定》。

本标准与 GB/T 12496.8—1999 相比主要技术变化如下：

- 碘化钾与碘的比例由原标准中的 2.0 : 1 调整为 1.5 : 1。
- 硫代硫酸钠溶液的标定由原标准中的重铬酸钾法改为碘酸钾法。
- 盐酸浓度由原标准的“1+9”改为 5 wt%。

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。

本标准主要起草人：邓先伦、戴伟娣、孙康、朱光真、张燕萍。

本标准所代替标准历次发布情况：

- GB/T 12496.7—1990；
- GB/T 12496.8—1999。

木质活性炭试验方法

碘吸附值的测定

1 范围

本标准规定了木质活性炭碘吸附值的试验方法。

本标准适用于木质活性炭碘吸附值的测定。

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 方法提要

一定量的试样与碘液经振荡吸附后,经过滤,取滤液,用硫代硫酸钠溶液滴定滤液中残留的碘量。取剩余碘浓度为 0.02 mol/L ($1/2 \text{ I}_2$) 下每克炭吸附的碘量(以毫克计)定为碘值。

4 仪器和试剂

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

- 4.1 天平,精度 0.0001 g 。
- 4.2 电热恒温干燥箱。
- 4.3 振荡器,频率 $240 \text{ 次/min} \sim 275 \text{ 次/min}$ 。
- 4.4 密封式制样粉碎机。
- 4.5 秒表计时器。
- 4.6 干燥器。
- 4.7 具塞磨口锥形烧瓶, 250 mL 。
- 4.8 酸式滴定管, 10 mL ,精度 0.05 mL ;碱式滴定管, 50 mL ,精度 0.1 mL 。
- 4.9 广口锥形烧瓶, 250 mL 。
- 4.10 量筒, 100 mL 和 1000 mL 。
- 4.11 容量瓶,无色和棕色。
- 4.12 烧杯。
- 4.13 漏斗,上口内径为 100 mm 。
- 4.14 试剂瓶,无色和棕色。
- 4.15 定性滤纸, GB/T 1914, 中速(102), $\phi 12.5 \text{ cm}$ 。
- 4.16 移液管, 10 mL 和 50 mL 。
- 4.17 浓盐酸(GB/T 622)。
- 4.18 碘(GB/T 675)。

- 4.19 碘化钾(GB/T 1272)。
- 4.20 硫代硫酸钠[Na₂S₂O₃ · 5H₂O](GB/T 637)。
- 4.21 可溶性淀粉(HG/T 2759)。
- 4.22 碘酸钾(GB 1258)。
- 4.23 无水碳酸钠(GB/T 639)。
- 4.24 变色硅胶(HG/T 2765.4)。

5 溶液

5.1 碘(1/2 I₂)标准溶液(0.100 0 mol/L)

称取 19.100 g 碘化钾完全溶于盛有约 30 mL 水的烧杯中,在搅拌下加入 12.700 g 碘,使碘充分溶解于碘化钾溶液中,烧杯加盖密封避光放置 4 h 以上,加以间歇搅拌,保证所有固体完全溶解。最后转入 1 L 的棕色容量瓶中加水稀释至刻度,充分摇匀并静置 2 d。经标定后,储存于棕色试剂瓶中。保证标准碘溶液中的碘化钾与碘的重量比为 1.5 : 1。

标定:用移液管量取 25 mL 碘溶液于 250 mL 广口锥形烧瓶内,用已标定的硫代硫酸钠标准溶液滴定,当滴定至溶液呈淡黄色时,加入 2 mL 淀粉指示液,逐滴滴定至无色,即为终点。

碘液浓度按式(1)计算:

$$c_1 = \frac{c_2 V_2}{V_1} = \frac{c_2 V_2}{25} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- c₁ —— 碘(1/2 I₂)标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- c₂ —— 硫代硫酸钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V₂ —— 滴定时所消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V₁ —— 标定时取碘溶液体积,单位为毫升(mL)。

5.2 淀粉指示液

称取 1.0 g 可溶性淀粉,加 10 mL 水,在搅拌下倒入 190 mL 沸水中,再煮沸 4 min~5 min,冷却至室温,取上层清液使用,此溶液于使用前配制,保存于冰箱中。

5.3 碘酸钾溶液(0.100 0 mol/L)

在 110 °C ± 5 °C 下将至少 4 g 的碘酸钾干燥 2 h,并在干燥器中冷却至室温。将 3.566 7 g ± 0.000 1 g 干燥的碘酸钾溶解于大约 100 mL 蒸馏水中,然后转移到 1 L 的容量瓶中,稀释至刻度,充分混匀后转移到广口试剂瓶中备用。

5.4 盐酸溶液(5 wt%)

先使用 1 000 mL 量筒量取 550 mL 蒸馏水,倒入 1 L 试剂瓶中,在通风橱或通风柜中用 100 mL 量筒量取 70 mL 浓盐酸,立即倒入上述试剂瓶中,盖上瓶塞,摇动,混合均匀后备用。

5.5 硫代硫酸钠标准溶液(0.100 0 mol/L)

称取 24.820 g 硫代硫酸钠溶于 75 mL ± 25 mL 新煮沸的蒸馏水中,加入 0.1 g ± 0.01 g 碳酸钠,以防止硫代硫酸钠溶液因细菌分解而发生浓度变化。然后将上述溶液转移到 1 L 的容量瓶中,用水稀释

至刻度,转移到棕色试剂瓶中,避光放置 4 d 后标定。

标定:用移液管吸取 25 mL 配制好的碘酸钾溶液,移入 250 mL 广口锥形烧瓶中。然后加入 2.00 g ±0.01 g 碘化钾,并摇晃锥形烧瓶,使碘化钾晶体完全溶解。再用移液管吸取 5.0 mL 浓盐酸加入锥形烧瓶(在通风装置中操作),然后用硫代硫酸钠溶液滴定游离碘,直至锥形烧瓶中出现浅黄色为止,加入 2 mL 淀粉指示剂,继续滴定,直至溶液变成无色为止,记录数据,按式(2)计算硫代硫酸钠的浓度:

$$c_3 = \frac{c_4 V_4}{V_3} = \frac{0.1000 \times 25}{V_3} = \frac{2.5000}{V_3} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c_3 —— 硫代硫酸钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

c_4 —— 碘酸钾溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_4 —— 标定时取碘酸钾溶液体积,单位为毫升(mL);

V_3 —— 消耗的硫代硫酸钠溶液体积,单位为毫升(mL)。

6 操作步骤

6.1 取样品若干放入密封式制样粉碎机中进行破碎,然后取通过 200 目筛(71 μm)的样品放入烘箱中,在 150 °C 下烘干至恒重。称取试样 0.500 0 g(准确至 0.000 1 g),放入干燥的 250 mL 具塞磨口锥形烧瓶中,准确加入盐酸(5 wt%)10.0 mL,使试样充分湿润,放在电炉上加热至沸,微沸(30±2)s,冷却至室温后,加入 50.0 mL 已标定的碘标准溶液。立即塞好瓶盖,在振荡器上振荡 15 min,迅速过滤到干燥烧杯中。

6.2 用移液管吸取 10 mL 滤液,放入装有 100 mL 蒸馏水的 250 mL 广口锥形烧瓶中,用已标定的硫代硫酸钠标准溶液进行滴定,在溶液呈淡黄色时,加 2 mL 淀粉指示液,继续测定使溶液变成无色,记录下使用的硫代硫酸钠体积数。以上样品需做平行实验,取平均值。

7 结果计算

碘吸附值 A 按式(3)计算:

$$A = \frac{X}{M} \cdot D \dots\dots\dots(3)$$

$$\frac{X}{M} = \frac{5(10c_1 - 1.2c_2V_2) \times 126.93}{m} \dots\dots\dots(4)$$

$$c = \frac{c_2V_2}{10} \dots\dots\dots(5)$$

式(3)、(4)、(5)中:

A —— 试样的碘吸附值,单位为毫克每克(mg/g);

$\frac{X}{M}$ —— 每克活性炭吸附的碘量,单位为毫克每克(mg/g);

D —— 校正因子(通过剩余滤液浓度 c 从表 1 中查到);

c_1 —— 碘(1/2 I₂)标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

c_2 —— 硫代硫酸钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 —— 硫代硫酸钠标准溶液消耗的体积,单位为毫升(mL);

m —— 试样质量,单位为克(g);

c —— 剩余滤液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

126.93——碘($1/2 I_2$)摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

注:在测定中炭样的使用量取决于活性炭的吸附性能,如果剩余溶液中的剩余浓度 c 不在表 1 中,炭量可根据剩余浓度 c 的大小酌情增减。

表 1 碘值实验的校正因子 D

剩余滤液浓度	0.000 0	0.000 1	0.000 2	0.000 3	0.000 4	0.000 5	0.000 6	0.000 7	0.000 8	0.000 9
0.008 0	1.162 5	1.161 3	1.160 0	1.157 5	1.155 0	1.153 3	1.151 3	1.150 0	1.147 5	1.146 3
0.009 0	1.143 8	1.142 5	1.140 0	1.137 5	1.136 3	1.135 0	1.132 5	1.130 0	1.128 8	1.127 5
0.010 0	1.125 0	1.123 8	1.122 5	1.121 3	1.120 0	1.117 5	1.116 3	1.115 0	1.113 8	1.111 3
0.011 0	1.110 0	1.108 8	1.107 5	1.106 3	1.103 8	1.102 5	1.100 0	1.098 8	1.097 5	1.096 3
0.012 0	1.095 0	1.093 8	1.092 5	1.090 0	1.088 8	1.087 5	1.086 3	1.085 0	1.083 8	1.082 5
0.013 0	1.080 0	1.078 8	1.077 5	1.076 3	1.075 0	1.073 8	1.072 5	1.071 3	1.070 0	1.068 8
0.014 0	1.067 5	1.066 3	1.065 0	1.062 5	1.061 3	1.060 0	1.058 3	1.057 5	1.056 3	1.055 0
0.015 0	1.053 8	1.052 5	1.051 3	1.050 0	1.048 8	1.047 5	1.046 3	1.045 0	1.043 8	1.042 5
0.016 0	1.041 3	1.040 0	1.038 8	1.037 5	1.037 5	1.036 3	1.035 0	1.033 3	1.032 5	1.031 3
0.017 0	1.030 0	1.028 8	1.027 5	1.026 3	1.025 0	1.024 5	1.023 8	1.022 5	1.020 8	1.020 0
0.018 0	1.020 0	1.018 8	1.017 5	1.016 3	1.015 0	1.014 4	1.013 8	1.012 5	1.012 5	1.011 3
0.019 0	1.010 0	1.008 8	1.007 5	1.007 5	1.006 3	1.005 0	1.005 0	1.003 8	1.002 5	1.002 5
0.020 0	1.001 3	1.000 0	1.000 0	0.998 8	0.997 5	0.997 5	0.996 3	0.995 0	0.995 0	0.993 8
0.021 0	0.993 8	0.992 5	0.992 5	0.991 3	0.990 0	0.990 0	0.988 8	0.987 5	0.987 5	0.986 3
0.022 0	0.986 3	0.985 0	0.985 0	0.983 8	0.982 5	0.982 5	0.981 3	0.981 3	0.980 0	0.978 8
0.023 0	0.978 8	0.977 5	0.977 5	0.976 3	0.976 3	0.975 0	0.975 0	0.973 8	0.973 8	0.972 5
0.024 0	0.972 5	0.970 8	0.970 0	0.970 0	0.968 8	0.968 8	0.967 5	0.967 5	0.966 3	0.966 3
0.025 0	0.965 0	0.965 0	0.963 8	0.963 8	0.962 5	0.962 5	0.961 3	0.961 3	0.960 6	0.960 0
0.026 0	0.960 0	0.958 8	0.958 8	0.957 5	0.957 5	0.956 3	0.956 3	0.955 0	0.955 0	0.953 8
0.027 0	0.953 8	0.952 5	0.952 5	0.951 9	0.951 3	0.951 3	0.950 6	0.950 0	0.950 0	0.948 8
0.028 0	0.948 8	0.947 5	0.947 5	0.946 3	0.946 3	0.946 3	0.945 0	0.945 0	0.943 8	0.943 8
0.029 0	0.942 5	0.942 5	0.942 5	0.941 3	0.941 3	0.940 0	0.940 0	0.939 4	0.938 8	0.938 8
0.030 0	0.937 5	0.937 5	0.937 5	0.936 3	0.936 3	0.936 3	0.936 3	0.935 0	0.935 0	0.934 6
0.031 0	0.933 3	0.933 3	0.932 5	0.932 5	0.932 5	0.931 9	0.931 3	0.931 3	0.930 0	0.930 0
0.032 0	0.930 0	0.926 4	0.928 8	0.928 8	0.928 0	0.927 5	0.927 5	0.927 5	0.927 0	0.927 0
0.033 0	0.926 3	0.926 3	0.925 7	0.925 0	0.925 0					

8 精密度与偏差

两个平行试样(同实验室内)碘值在 600 mg/g~2 000 mg/g 间,相对标准偏差不得大于 3%;
两个实验室间碘值在 600 mg/g~2 000 mg/g 间,相对标准偏差不得大于 5%。
