



中华人民共和国城镇建设行业标准

CJ/T 345—2010

生活饮用水净水厂用煤质活性炭

Activated carbon from coal for drinking water treatment
in municipal water plant

2010-10-21 发布

2011-05-01 实施

中华人民共和国住房和城乡建设部 发布

前 言

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 为规范性附录。

本标准由住房和城乡建设部标准定额研究所提出。

本标准由住房和城乡建设部给水排水产品标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位：宁夏欣荣洁源环保开发有限公司。

本标准参加起草单位：宁夏平罗环保产业协会、山西大同市活性炭协会、中国土木工程学会水工业分会、江苏泰兴一心活性炭科技有限公司、清华大学环境科学与工程系、浙江大学建筑工程学院、嘉兴市嘉源给排水有限公司、同方股份有限公司水务公司、上海市供水协会、江苏省供水协会、上海市松江自来水有限公司、昆山市自来水集团有限公司。

本标准主要起草人：邹炎、蒋仁甫、蒋旭东、戴日成、刘文君、张燕、刘惠平、薛忠宁、杨培栋、徐兵、乐林生、林国峰、冯钧、李青。

生活饮用水净水厂用煤质活性炭

1 范围

本标准规定了生活饮用水净水厂用煤质活性炭的要求、试验方法、检测规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于生活饮用水净化以及水源突发污染的净化处理用煤质活性炭。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T5750.6—2006 生活饮用水标准检验方法 金属指标

GB 7491 水质挥发酚的测定

GB/T 7701.1—2008 煤质颗粒活性炭 气相用煤质颗粒活性炭

GB/T 7701.2—2008 煤质颗粒活性炭 净化水用煤质颗粒活性炭

GB/T 7702.1 煤质颗粒活性炭试验方法 水分的测定

GB/T 7702.2 煤质颗粒活性炭试验方法 粒度的测定

GB/T 7702.3 煤质颗粒活性炭试验方法 强度的测定

GB/T 7702.4 煤质颗粒活性炭试验方法 装填密度的测定

GB/T 7702.6 煤质颗粒活性炭试验方法 亚甲蓝吸附值的测定

GB/T 7702.7 煤质颗粒活性炭试验方法 碘吸附值的测定

GB/T 7702.16 煤质颗粒活性炭试验方法 pH值的测定

GB/T 7702.17 煤质颗粒活性炭试验方法 漂浮率的测定

GB/T 7702.20 煤质颗粒活性炭试验方法 孔容积和比表面积的测定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

活性炭 **activated carbon**

含碳物质经过炭化、活化处理制得的具有发达孔隙结构和巨大比表面积的碳吸附剂。

3.2

煤质(基)活性炭 **activated carbon from coal**

制造碳吸附剂时所用的基材为煤的活性炭。

3.3

颗粒活性炭 **granular activated carbon**

颗粒尺寸在 80 目(0.18 mm)筛网以上的活性炭。

3.4

粉末活性炭 **powdered activated carbon**

颗粒尺寸在 80 目(0.18 mm)筛网以下的活性炭。

4 要求

4.1 外观

暗黑色炭素物质,呈颗粒状或粉末状。

4.2 杂质

活性炭中不应含有影响人体健康的有毒、有害物质。

4.3 技术指标

生活饮用水净水厂用煤质活性炭技术指标应符合表1的要求。

表1 技术指标

| 序号 | 项 目 | | 指 标 要 求 | |
|----------|--------------------------|---------|-----------------|-------|
| | | | 颗粒活性炭 | 粉末活性炭 |
| 1 | 孔容积/(mL/g) | | ≥0.65 | ≥0.65 |
| 2 | 比表面积/(m ² /g) | | ≥950 | ≥900 |
| 3 | 漂浮率/% | | 柱状颗粒活性炭 | ≤2 |
| | | | 不规则状颗粒活性炭 | ≤3 |
| 4 | 水分/% | | ≤5 | ≤10 |
| 5 | 强度/% | | ≥90 | — |
| 6 | 装填密度/(g/L) | | ≥380 | ≥200 |
| 7 | pH 值 | | 6~10 | 6~10 |
| 8 | 碘吸附值/(mg/g) | | ≥950 | ≥900 |
| 9 | 亚甲基蓝吸附值/(mg/g) | | ≥180 | ≥150 |
| 10 | 酚值/(mg/L) | | ≤25 | ≤25 |
| 11 | 二甲基异莰醇吸附值/(μg/g) | | — | ≥4.5 |
| 12 | 水溶物/% | | ≤0.4 | ≤0.4 |
| 13 | 粒度/% | φ1.5 mm | >2.50 mm | ≤2 |
| | | | 1.25 mm~2.50 mm | ≥83 |
| | | | 1.00 mm~1.25 mm | ≤14 |
| | | | <1.00 mm | ≤1 |
| | | 8目×30目 | >2.50 mm | ≤5 |
| | | | 0.60 mm~2.50 mm | ≥90 |
| | | | <0.60 mm | ≤5 |
| | | 12目×40目 | >1.60 mm | ≤5 |
| | | | 0.45 mm~1.60 mm | ≥90 |
| | | | <0.45 mm | ≤5 |
| | | 30目×60目 | >0.60 mm | ≤5 |
| | | | 0.60 mm~0.25 mm | ≥90 |
| <0.25 mm | ≤5 | | | |
| | | | ≤200目* | |

表 1 (续)

| 序号 | 项 目 | 指 标 要 求 | |
|--|--------------|-----------------------|-------|
| | | 颗粒活性炭 | 粉末活性炭 |
| 14 | 有效粒径/mm | 0.35~1.5 ^b | — |
| 15 | 均匀系数 | ≤2.1 ^b | — |
| 16 | 锌(Zn)/(μg/g) | <500 | <500 |
| 17 | 砷(As)/(μg/g) | <2 | <2 |
| 18 | 镉(Cd)/(μg/g) | <1 | <1 |
| 19 | 铅(Pb)/(μg/g) | <10 | <10 |
| ^a 200 目对应尺寸为 75 μm,通过筛网的产品大于或等于 90%。 ^b 适用于降流式固定床使用的不规则状颗粒活性炭。 | | | |

5 试验方法

5.1 外观检验

目视法。

5.2 孔容积的测定

孔容积的测定,按 GB/T 7702.20 的规定。

5.3 比表面积的测定

比表面积的测定,按 GB/T 7702.20 的规定。

5.4 漂浮率的测定

漂浮率的测定,按 GB/T 7702.17 的规定。

5.5 水分的测定

水分的测定,按 GB/T 7702.1 的规定。

5.6 强度的测定

强度的测定,按 GB/T 7702.3 的规定。

5.7 装填密度的测定

装填密度的测定,按 GB/T 7702.4 的规定。

5.8 pH 值的测定

pH 值的测定,按 GB/T 7702.16 的规定。

5.9 碘吸附值的测定

碘吸附值的测定,按 GB/T 7702.7 的规定。

5.10 亚甲基蓝吸附值的测定

亚甲基蓝吸附值的测定,按 GB/T 7702.6 的规定。

5.11 酚值的测定

酚值的测定,按附录 A 的规定。

5.12 二甲基异茨醇吸附值的测定

二甲基异茨醇吸附值的测定,按附录 B 的规定。

5.13 水溶物的测定

水溶物的测定,按 GB/T 7701.2—2008 附录 C 的规定。

5.14 粒度的测定

粒度的测定,按 GB/T 7702.2 的规定。

5.15 有效粒径的测定

有效粒径的测定,按附录 C 的规定。

5.16 均匀系数的测定

均匀系数的测定,按附录 C 的规定。

5.17 锌(Zn)的测定

锌(Zn)的测定,按附录 D 的规定。

5.18 砷(As)的测定

砷(As)的测定,按附录 D 的规定。

5.19 镉(Cd)的测定

镉(Cd)的测定,按附录 D 的规定。

5.20 铅(Pb)的测定

铅(Pb)的测定,按附录 D 的规定。

6 检验规则

6.1 检验分类

产品检验分出厂检验和型式检验。

6.2 出厂检验

6.2.1 质量保证

制造厂应保证所有出厂的产品符合本标准的要求,产品应由制造厂的质检部门进行检验。每一批出厂的产品都应附有规定的质量合格证。

6.2.2 检验项目见表 2。

6.3 型式检验

6.3.1 型式检验

检验项目为第 4 章全部技术要求。在检验合格的样品中随机抽取足够的样品,进行 6.3 中的各项检验。一般情况下每两年至少一次,当有以下情况之一时,应进行型式检验:

- a) 新产品或老产品转厂生产的试制定型鉴定;
- b) 结构、材料、工艺有较大变动可能影响产品性能时;
- c) 产品长期停产后恢复生产时;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时;
- e) 国家质量检验机构提出型式检验要求时。

6.3.2 检验项目

检验项目见表 2。

表 2 检验项目

| 序号 | 检验项目 | 型式检验 | 出厂检验 |
|----|------|------|------|
| 1 | 外观 | √ | √ |
| 2 | 孔容积 | √ | — |
| 3 | 比表面积 | √ | — |
| 4 | 漂浮率 | √ | √ |
| 5 | 水分 | √ | √ |
| 6 | 强度 | √ | √ |
| 7 | 装填密度 | √ | √ |

表 2 (续)

| 序号 | 检验项目 | 型式检验 | 出厂检验 |
|----|-----------|------|------|
| 8 | pH 值 | √ | √ |
| 9 | 碘吸附值 | √ | √ |
| 10 | 亚甲基蓝吸附值 | √ | √ |
| 11 | 酚值 | √ | * |
| 12 | 二甲基异莰醇吸附值 | √ | * |
| 13 | 水溶物 | √ | √ |
| 14 | 粒度 | √ | √ |
| 15 | 有效粒径 | √ | * |
| 16 | 均匀系数 | √ | * |
| 17 | 锌(Zn) | √ | * |
| 18 | 砷(As) | √ | * |
| 19 | 镉(Cd) | √ | * |
| 20 | 铅(Pb) | √ | * |

注：“√”为检验项目，“—”为免检项目，“*”为商定项目。

6.4 组批

按 GB/T 7701.1—2008 中 4.2.2 的规定。

6.5 抽样

按 GB/T 7701.1—2008 中 4.2.3 的规定。

6.6 判定规则

按 GB/T 7701.1—2008 中 4.2.4 的规定。

7 标志、包装、运输和贮存

按 GB/T 7701.1—2008 第 6 章的规定执行。

附 录 A
(规范性附录)
吸附等温线和酚值的测定

A.1 吸附等温线的测定

活性炭样品与待试水样经充分混合、吸附后,测定待试水样中的污染物的剩余浓度,从而计算出该活性炭样品对水中污染物的吸附值。它通常以水中污染物的剩余浓度为横轴,以单位质量的活性炭所吸附污染物的量为纵轴,用图表示(或用吸附方程表示),而水净化中常用的吸附方程为弗累德利希(Freundlich)方程(A.1),按式(A.1)计算:

$$\frac{X}{M} = Kc^{\frac{1}{n}} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

X ——污染物的减少量(被吸附量),mg;

M ——活性炭的添加量,g;

K ——常数[其物理意义为 c (剩余浓度)为 1 mg/L 时,单位重量活性炭吸附污染物的量];

c ——水中污染物的剩余浓度(平衡浓度),mg/L;

$\frac{1}{n}$ ——直线(在双对数坐标纸上为直线)的斜率。

A.1.1 试剂和材料**A.1.1.1 水**

需要处理的水样。

A.1.1.2 滤膜(孔径 0.45 μm)

应用蒸馏水浸泡 24h 后再使用。

A.1.1.3 高锰酸钾

优级纯。

A.1.2 仪器和设备**A.1.2.1 电热恒温干燥器**

0℃~300℃。

A.1.2.2 干燥器

内装变色硅胶或无水氯化钙。

A.1.2.3 分析天平

感量 0.0001 g。

A.1.2.4 振荡器

频率 240 次/分±20 次/分,振幅 36 mm±6 mm。

A.1.2.5 具塞磨口锥形瓶

500 mL。

A.1.2.6 试验筛

φ200 mm×50 mm(H)(方孔)。

A.1.2.7 玻璃漏斗

φ70 mm~90 mm。

A.1.3 活性炭样品的制备

将待试的活性炭样品用四分法取出 10 g 左右,磨细至 90% 以上能通过 325 目 (45 μm) 筛网,然后将筛上、筛下的物料充分混匀,在 150 °C ± 5 °C 的电热恒温干燥箱内干燥 2 h,再置于干燥器中冷却,备用。

A.1.4 测定步骤

A.1.4.1 取 6 只 500 mL 具塞磨口锥形瓶,分别编为 1 号、2 号、3 号、4 号、5 号、6 号。

A.1.4.2 分别向 2 号、3 号、4 号、5 号、6 号瓶中加入 2 mg、4 mg、6 mg、8 mg、10 mg 活性炭样品。

A.1.4.3 分别向 6 只锥形瓶中加入 200 mL 需要处理的水样。

A.1.4.4 盖紧瓶塞,置于振荡器上振荡 30 min。

A.1.4.5 用滤膜过滤水样。

A.1.4.6 分别测定水样中的污染物剩余浓度 (mg/L)。

A.1.5 结果计算

按式(A.2)计算:

$$\frac{(c_1 - c_i) \times 0.2}{m_i} \times 1000 (\text{mg/g}) \quad \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

式中:

c_1 ——1 号瓶中污染物的浓度, mg/L;

c_i —— i 号瓶中污染物的浓度, mg/L;

0.2——水样体积 (200 mL) 折合成 L 为 0.2;

m_i ——不同瓶中加入的活性炭量, mg;

1 000——1 g 为 1 000 mg 的换算系数。

A.1.5.1 按式(A.2)计算,得到 5 组数据,即: c_2 c_3 c_4 c_5 c_6

q_2 q_3 q_4 q_5 q_6

A.1.5.2 以 c 为横轴, q 为纵轴,用双对数坐标纸作图,即可得一近似直线,此直线即为吸附等温线。计算结果参见表 A.1 和图 A.1。

A.1.6 精度

按此方法测量得到吸附等温线,并用弗累德利希 (Freundlich) 方程回归后,其精度为 90% 左右 (即偏差为 ±10%)。

A.2 酚值的测定

在酚浓度为 100 μg/L 的水样中加入不同数量的粉末活性炭,经过充分振荡、过滤后,用 4-氨基安替比林分光光度法测定水样中酚的剩余浓度。按照测定吸附等温线的方法 A.1,求出剩余浓度为 10 μg/L 时的粉末活性炭投加量,此粉末活性炭投加量就是酚值。

A.2.1 试剂和材料

A.2.1.1 水

需要处理的水样。

A.2.1.2 待试验的粉末活性炭

A.2.1.3 500 mL 的具塞磨口锥形瓶

A.2.1.4 振荡器

按本附录 A.1.2.4 的规定。

A.2.2 操作

按本附录 A.1.3~A.1.4 的规定。

A.2.3 水质挥发酚的测定

见 GB 7491 水质挥发酚的测定。

A.2.4 计算

A.2.4.1 按表 A.1 和图 A.1 进行酚值的计算。

A.2.4.2 吸附等温线试验的数据(酚值的计算),见表 A.1。

表 A.1 吸附等温线试验数据(酚值的计算)

| 1号活性炭样品 | | | | 2号活性炭样品 | | | |
|------------------------|-----------------------|-------------------|---------------------------------|------------------------|-----------------------|-------------------|---------------------------------|
| M 粉末炭添 加量/(mg/L) | c 残留酚含量/ (μg/L) | X 吸附酚 的量/mg | q (X/M) 单位粉末炭的 吸酚量/(mg/g) | M 粉末炭添 加量/(mg/L) | c 残留酚含量/ (μg/L) | X 吸附酚 的量/mg | q (X/M) 单位粉末炭的 吸酚量/(mg/g) |
| 0 | 100 | 0 | | 0 | 98 | 0 | |
| 5 | 40 | 60 | 12.0 | 5 | 49 | 49 | 9.8 |
| 10 | 18 | 62 | 8.2 | 10 | 29 | 69 | 6.9 |
| 15 | 9 | 91 | 6.1 | 15 | 24 | 74 | 4.9 |
| 20 | 6 | 94 | 4.7 | 20 | 17 | 81 | 4.1 |
| 25 | 4 | 96 | 3.8 | 25 | 14 | 84 | 3.4 |
| 30 | 3 | 97 | 3.2 | 30 | 12 | 86 | 2.9 |

A.2.4.3 以残留浓度 c 为横轴, q(X/M) 为纵轴, 将表 A.1 中数据整理如图 A.1。

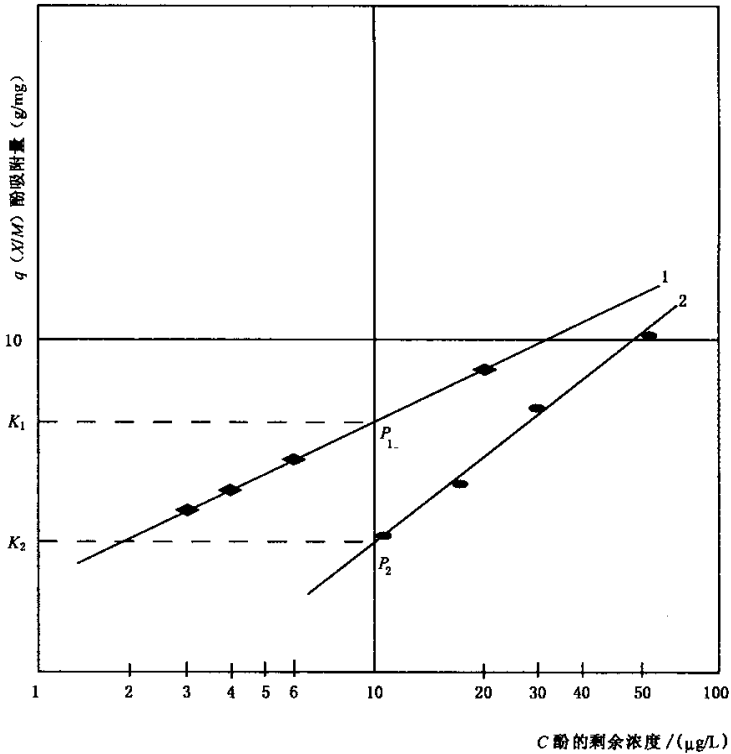


图 A.1 酚残留浓度(平衡浓度)吸附等温线计算图

A.2.4.4 图 A.1 中,由 c 为 $10 \mu\text{g/L}$ 处作垂直线,分别交吸附等温线 1 于 P_1 ;交吸附等温线 2 于 P_2 。过 P_1 和 P_2 分别作水平线与纵轴相交于 K_1 和 K_2 ,由图可知 K_1 为 6.1, K_2 为 2.7。

1 号和 2 号样品的酚值按式(A.3)和式(A.4)计算:

$$N_1 = \frac{100 - 10}{K_1} = 14.75 \approx 15(\text{mg/L}) \quad \dots\dots\dots(\text{A.3})$$

$$N_2 = \frac{98 - 10}{K_2} = 32.59 \approx 33(\text{mg/L}) \quad \dots\dots\dots(\text{A.4})$$

式中:

N_1 ——1 号样品的酚值, mg/L ;

N_2 ——2 号样品的酚值, mg/L 。

A.2.4.5 根据式(A.3)和式(A.4)计算结果,2 号活性炭样品的酚值大于 25 mg/L ,为不合格。

附录 B
(规范性附录)

二甲基异茨醇(2-MIB)吸附值的测定和检测方法

B.1 二甲基异茨醇(2-MIB)吸附值的测定

在水样中加入不同数量的磨制成粉末的活性炭,按附录 A 中 A.1 进行操作。然后用色质联用分析方法对六个水样中的 2-MIB 浓度进行测定,水中 2-MIB 的剩余浓度为横轴,以单位活性炭吸附 2-MIB 的量为纵轴,在双对数坐标纸上将五点连接成线,并最终整理成方程,按附录 A 式(A.1)计算:

取 c 为 10 ng/L,代入式(A.1)求得 q ,即 2-MIB 的吸附量。

B.1.1 试剂和材料

按附录 A.1.1 的规定。

B.1.2 设备和仪器

按附录 A.1.2 的规定。

B.1.3 活性炭样品的制备

按附录 A.1.3 的规定。

B.1.4 测定步骤

按附录 A.1.4 的规定。

B.1.5 计算

按附录 A.1.5 的规定。

B.2 二甲基异茨醇(2-MIB)的检测方法

本方法系利用固相微萃取顶空法技术,将样品中的待测化合物吸附在涂有二乙烯基苯/碳分子筛/聚二甲基硅氧烷的固相微萃取针的吸附纤维上,再将吸附纤维插入气相色谱分析仪的进样口,借助进样口高温使吸附物脱附,以脱附物的相对保留时间及质谱图来检测样品中的 2-MIB 的成分与含量。

B.2.1 干扰

任何有机物都有可能吸附在吸附纤维上干扰分析结果,应用质谱判定可能的干扰。对于含余氯的水样,分析前宜先用硫代硫酸钠去除其干扰。

B.2.2 设备和材料

B.2.2.1 质谱仪分析系统

扫描范围为 40 m/z~200 m/z 的质谱仪。

B.2.2.2 毛细管气相色谱柱

HP. 5MS, 5% 苯基甲基硅氧烷柱,管长 30 m,内径 0.25 mm,管壁厚度 0.25 μm 。可承受温度范围至 325 $^{\circ}\text{C}$,或同级品。

B.2.2.3 恒温水浴锅

能保证温度在 65 $^{\circ}\text{C} \pm 0.5$ $^{\circ}\text{C}$ 范围的恒温水浴锅。

B.2.2.4 磁力搅拌器

可维持转速约 200 r/min。

B.2.2.5 采样瓶

100 mL 附有四氟乙烯垫片的棕色玻璃瓶。

B.2.2.6 气提瓶

135 mL 附可穿刺的四氟乙烯垫片的血清瓶。

B.2.2.7 微量注射器

100 mL 微量注射器。

B.2.2.8 固相微萃取针

固相微萃取针上的吸附纤维材质为 50/30 μm 二乙烯基苯/碳分子筛/聚二甲基硅氧烷。第一次使用固相微萃取的吸附纤维前,应先置于气相色谱分析仪进样口,参照制造厂商建议的温度与时间调整至最佳状态。

B.2.2.9 天平

可精确称量到 0.1 mg。

B.2.2.10 容量瓶

A 级 50 mL 容量瓶。

B.2.2.11 玻璃纤维滤纸

0.7 μm 。

B.2.3 试剂**B.2.3.1 不含有机物的试剂水**

本方法应使用不含有机物的试剂水,即试剂水中干扰物的浓度应低于方法中待测物的检测极限。

B.2.3.2 甲醇

优级纯。

B.2.3.3 二甲基异莰醇(2-MIB)

标准品,分析纯。

B.2.3.4 2-异丙基-3-甲氧基吡嗪(2-isopropyl-3-methoxy pyrazine)

拟似标准品,分析纯。

B.2.3.5 2-异丁基-3-甲氧基吡嗪(2-isobutyl-3-methoxy pyrazine)

内标准品,分析纯。

B.2.3.6 氯化钠

分析纯。如需要应用烘烤方法去除污染,如烘烤无效,应更换另一批次的氯化钠。

B.2.3.7 硫代硫酸钠

分析纯。

B.2.3.8 标准溶液

可采购浓度经确认的市售标准品或以纯标准品自行配制。

B.2.3.9 中间标准液

将标准液用甲醇或试剂水稀释配制成为所需的单一或混合化合物的中间标准溶液。储存中间标准液时,瓶上部的空间应尽量小,以避免挥发性有机物的逸出。浓度为 10 000 ng/L 的中间标准液,在 4 $^{\circ}\text{C}$ 下的保存期限为 20 d。并且要求储存区内无异味干扰。

B.2.3.10 内标准溶液

50.0 $\mu\text{g/L}$ 的 2-异丁基-3-甲氧基吡嗪。将标准溶液用甲醇或试剂水稀释配制成为 50.0 $\mu\text{g/L}$ 的内标准溶液。取此溶液 10.00 μL ,添加待分析水样 50 mL,此时添加的(2-异丁基-3-甲氧基吡嗪)浓度为 10.0 ng/L,依此类推。

B.2.3.11 拟似标准溶液

50.0 $\mu\text{g/L}$ 的 2-异丙基-3-甲氧基吡嗪。将标准溶液用甲醇或试剂水稀释配制成为 50.0 $\mu\text{g/L}$ 的拟似标准溶液。取此溶液 10.0 $\mu\text{g/L}$,添加待分析水样 50 mL,其添加的(2-异丙基-3-甲氧基吡嗪)浓度为 10.0 ng/L,依此类推。

B.2.3.12 质谱仪校正标准品溶液

对氟溴化苯(4-Bromofluorobenzene)标准品:建议浓度为 25 $\mu\text{g/mL}$,以甲醇为溶剂。

B.2.4 样品采集与保存

B.2.4.1 样品量最少为 100 mL,装满水样的瓶子中不应有气泡。如预估水样中待测物质的浓度超过标准曲线的范围时,则进行稀释。

B.2.4.2 如要分析不含藻体成分或颗粒的溶解性 2-MIB,应用玻璃纤维滤纸过滤后再行分析。

B.2.4.3 如水样中含有余氯时,在采样前应在每 100 mL 水样中添加约 0.7 mL 浓度为 10% 的硫代硫酸钠(注意不宜添加抗坏血酸),以去除余氯。

B.2.4.4 采集的样品,其运送和保存的环境温度必须在 4 ℃ 以下,且样品存放区内不应存在有机溶剂蒸气。

B.2.4.5 样品保存期限为 14 d。

B.2.5 操作步骤**B.2.5.1 固相微萃取及脱附上机分析建议步骤****B.2.5.1.1 添加内标准溶液及拟似标准溶液**

用 50 mL 容量瓶分别量取 10.0 μL 浓度为 50.0 μg/L 的内标准溶液及拟似标准溶液,分别加待测水样到 50.0 mL,此时上述两种物质的浓度为 10.00 ng/L。

B.2.5.1.2 在气提瓶中先加入 13.5 g 的 NaCl,再加入上述已添加内标准溶液及拟似标准溶液的水样 50 mL,插入吸附针。参照图 B.1 SPME 配置图。

B.2.5.1.3 将气提瓶置于 65 ℃ 的恒温水浴中加热。

B.2.5.1.4 经 15 s 搅拌后,压下吸附针纤维至顶部空间进行吸附,于 65 ℃ 恒温水浴中气提,吸附 30 min。

B.2.5.1.5 吸附 30 min 后,先擦干吸附针头上水分,再将吸附纤维插入气相色谱分析仪中进行分析,吸附纤维在气相色谱分析仪进样口中停留 10 min,以确定可否用于下次分析使用。

B.2.5.2 色质联用分析条件

脱附时间:2.5 min;

载气:氦气;

流速:1 mL/min,分流/不分流进样口,不分流模式;

进样口温度:250 ℃,进样压力:0.06 MPa;

传输线温度:280 ℃。

升温设定:

起始温度:60 ℃维持 2.5 min;

升温速度:8 ℃/min,升温至 250 ℃;

最终温度:250 ℃保持 5 min。

使用离子选择检测进行定量及定性的质量设定参数,见表 B.1。

表 B.1 使用离子选择检测进行定量及定性的质量设定参数

| 化合物 | 保留时间/ min | 主要离子/ (m/z) | 次要离子/ (m/z) |
|--------------------------------|--------------|----------------|----------------|
| 2-MIB | 10.95 | 95 | 93、107、108、135 |
| 2-isopropyl-3-methoxy pyrazine | 9.17 | 137 | 152、124 |
| 2-isobutyl-3-methoxy pyrazine | 9.17 | 124 | 151、94 |

B.2.5.3 续效测试及标准曲线的制作与确认

B.2.5.3.1 每一气相色谱和质谱,建议以相当于 50 ng 的对氟溴化苯上机分析,所得质谱应符合表 B.1 的要求才能进行标准曲线的建立及样品分析工作。此分析应每 12 h 进行一次。

B.2.5.3.2 最少配制五种不同浓度的标准溶液,最低一点浓度应与方法定量极限(约为方法检测极限

的3倍)的浓度相当(建议配制浓度为5.0 ng/L、10.0 ng/L、20.0 ng/L、50.0 ng/L及100.0 ng/L,其线性范围在2 ng/L~300 ng/L之间,应可达到相对标准偏差(RSD)小于20%的规定)。加入适量的内标准溶液及拟似标准溶液并充分混合。用尖峰感应讯号面积或高度对化合物浓度及内标准物质浓度,按式(B.1)计算感应因子(Response factor, RF):

$$\overline{RF} = \frac{(A_x)(C_{is})}{(A_{is})(C_x)} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

\overline{RF} ——待测物的平均感应因子;

A_x ——待测物的感应讯号强度;

A_{is} ——内标准物的感应讯号强度;

C_{is} ——内标准物的浓度,ng/L;

C_x ——待测物的浓度,ng/L。

B.2.5.3.3 在工作浓度范围内,若感应因子的相对标准偏差小于20%,则可以平均感应因子作定量分析,否则应检查仪器状况,重新制作标准曲线。

B.2.5.3.4 每12 h应复核一次标准曲线或感应因子。如加入复核标准溶液所得的感应因子与标准曲线平均感应因子的相对误差超过±25%,则应重新制作标准曲线。

B.2.5.3.5 内标准物质与拟似标准物质复核:在作标准曲线复核时,应同时评估内标准物质及拟似标准物质的感应面积,其感应面积与标准曲线标准溶液的平均感应面积比较,应在50%~150%之间,或其感应面积与最近的标准曲线复核溶液的感应面积比较,应在70%~130%范围内,如超过上述范围时,亦应立即寻找原因并加以修正。

B.2.5.4 样品分析

分析水样及制作标准曲线均应按B.2.5.1步骤执行固相微萃取及脱附上机分析步骤进行。

B.2.6 计算

按式(B.2)计算待测化合物浓度:

$$C_x = \frac{(A_x)(C_{is})(D)}{(A_{is})(RF)(V_s)} \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

C_x ——浓度,ng/L;

A_x ——样品溶液中待测物的感应讯号;

C_{is} ——内标准物质加入样品溶液的量,ng;

D ——样品溶液稀释倍数;

A_{is} ——内标准物质的感应讯号;

\overline{RF} ——待测物的平均感应因子;

V_s ——水样体积,L。

B.2.7 品质管理

B.2.7.1 仪器调整及校正

气相色谱分析仪应符合B.2.5.3所述的品质要求。

B.2.7.2 使用新吸附纤维前,应使用标准曲线中间浓度的复核标准品进行复核样品分析,其回收率应在75%~125%之间,如无法达到,则应重新制作标准曲线。

B.2.7.3 标准曲线确认

其分析结果的相对误差应在±25%以内,如达不到要求应分析原因。

B.2.7.4 分析样品前,应进行空白试验,以确认系统未受任何污染。进行过高浓度样品分析或更换溶剂后亦应进行空白试验。空白分析结果应低于方法检测极限的两倍。

B.2.7.5 每批次测试或测试 10 个样品以上时,均应进行空白试验。复核样品分析、重复样品分析及添加样品分析,以监测评估分析数据。空白分析值应低于方法检测极限的两倍。复核样品分析的回收率范围为 80%~120%,添加样品分析的回收率范围为 70%~130%。

B.2.7.6 拟似标准品的回收率

分析样品时添加的拟似标准品其回收率范围为 80%~120%。

B.2.7.7 待测物色谱联用分析定性条件

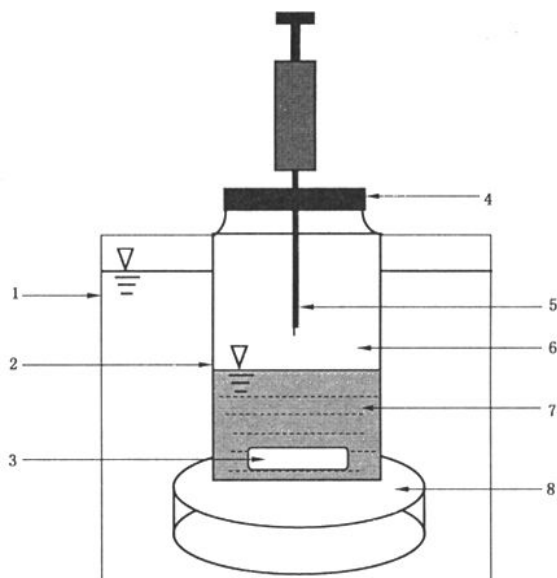
主要离子及次要离子均出现,且待测物的停留时间落在可接受的范围内,停留时间的测定是利用标准曲线中间点浓度的标准液,连续 3 d 每天分析一次,由 3 次的停留时间统计得到的平均停留时间及其标准偏差(s),可接受的停留时间即为平均停留时间(±3 s)。

B.2.8 精度与准确度

单一试验室 2-MIB 所得的精度与准确度,见表 B.2。

表 B.2 单一实验室 2-MIB 分析的精度与准确度

| 待测物 | 添加浓度/ (ng/L) | 平均回收率/ % | 相对标准误差/ % | 分析次数 |
|-------|-----------------|-------------|--------------|------|
| 2-MIB | 20 | 96 | 13.3 | 18 |



- 1——65 °C 恒温水浴;
- 2——135 mL 血清瓶;
- 3——磁力搅拌棒;
- 4——附四氟乙烯垫片瓶盖;
- 5——吸附纤维;
- 6——顶部空间;
- 7——50 mL 水样添加 13.5 g 的 NaCl;
- 8——磁力搅拌器。

图 B.1 SPME 配置图

附录 C
(规范性附录)
有效粒径和均匀系数的测定

C.1 测定

有效粒径是滤流和吸附过程中进行水力、传质计算的一个重要粒径参数。活性炭粒度分布曲线对应于重量百分率为 10 时的筛网孔径(或粒径)为 d_{10} 。活性炭粒度分布曲线对应于重量百分率为 60 时的筛网孔径(或粒径)为 d_{60} 。活性炭粒度检测按 GB/T 7702.2 的规定。

C.1.1 均匀系数即为 d_{60} 与 d_{10} 的比值。按式(C.1)计算:

$$\lambda = \frac{d_{60}}{d_{10}} \quad \text{.....(C.1)}$$

式中:

λ ——均匀系数;

d_{60} ——活性炭粒度分布曲线对应于重量百分率为 60 时的筛网孔径(或粒径), mm;

d_{10} ——活性炭粒度分布曲线对应于重量百分率为 10 时的筛网孔径(或粒径), mm。

C.2 测定结果的处理

C.2.1 测定结果的处理

测定结果的处理与通常粒度分布处理的不同之处在于:粒度分布是以筛上剩余物的质量为基础,而本测定结果是以通过筛网的物质质量为基础,整理为如图 C.1 所示的粒度分布曲线,然后沿重量 10% 的点作平行于横轴的水平线交粒度分布曲线于“a”,过 a 点作垂线与横轴的交点即 d_{10} ,就是活性炭的有效粒径。见图 C.1。

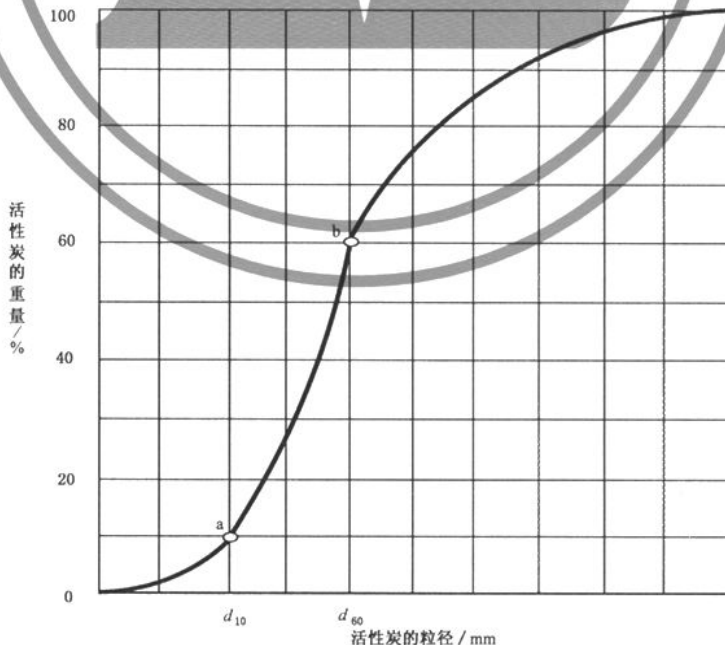


图 C.1 活性炭的有效粒径(d_{10})测定示意图

C.2.2 d_{60} 的求法

沿重量 60% 的点作平行于横轴的线交粒度分布曲线于“b”，再由 b 点作垂线与横轴的交点即为 d_{60} ，见图 C.1。

附录 D
(规范性附录)
金属(锌、砷、镉、铅)含量的测定

煤质活性炭中金属(锌、砷、镉、铅)含量的测定分为样品制备和样品检测。

D.1 样品制备

D.1.1 称取 4.0 g 活性炭样品(精确到 10 mg),放入三角烧瓶中,加入 180 mL pH 值大约为 4 的水。样品应在 $115\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度范围内干燥 3 h,然后放入干燥器(干燥剂为硅胶),冷却至室温,备用。pH 大约为 4 的水的制备:用水将硝酸稀释 100 倍,再取此稀释液 0.1 mL 稀释至 180 mL 即可。

D.1.2 将三角烧瓶在微沸的状态下加热 10 min。

D.1.3 冷却后,加水配制成 200 mL,用搅拌的方式混匀,然后用 0.45 μm 的滤纸过滤。

D.1.4 将开始滤出的 30 mL 滤液丢弃,把以后的滤液作为样品使用。

D.2 样品检测

D.2.1 锌

按 GB/T 5750.6—2006 第 5 章的规定。

D.2.2 砷

按 GB/T 5750.6—2006 第 6 章的规定。

D.2.3 镉

按 GB/T 5750.6—2006 第 9 章的规定。

D.2.4 铅

按 GB/T 5750.6—2006 第 11 章的规定。

中华人民共和国城镇建设
行业标准
生活饮用水净水厂用煤质活性炭
CJ/T 345—2010

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

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 33 千字
2011年1月第一版 2011年1月第一次印刷

*

书号: 155066·2-21412 定价 24.00 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)68533533