

ICS 65.050
B 72

LY

中华人民共和国林业行业标准

LY/T 1331—2014
代替 LY/T 1331—1999

净水用载银活性炭

Ag-Loaded activated carbon for water purification

2014-08-21 发布

2014-12-01 实施

国家林业局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 LY/T 1331—1999《净水用载银活性炭》。

本标准与 LY/T 1331—1999 相比有以下不同：

——增加了银含量的原子吸收分光光谱分析方法；

——原标准的质量指标中 B 类产品的载银量(%)修改为“0.06~0.20”。

本标准由中国林业科学研究院林产化学工业研究所提出并归口。

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：孙康、邓先伦、张燕萍、戴伟娣、卢辛成、陈超、朱光真。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——LY/T 1331—1999。

净水用载银活性炭

1 范围

本标准规定了净水用载银活性炭的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存。
本标准适用于以果壳(核)为原料作为银载体的无定型颗粒状净水活性炭。

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 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 12496.3 木质活性炭试验方法 灰分含量的测定

GB/T 12496.4 木质活性炭试验方法 水分含量的测定

GB/T 12496.6 木质活性炭试验方法 强度的测定

GB/T 12496.7 木质活性炭试验方法 pH值的测定

GB/T 12496.8 木质活性炭试验方法 碘吸附值的测定

GB/T 12496.10 木质活性炭试验方法 亚甲基蓝吸附值的测定

3 技术要求

3.1 外观为黑色无定型颗粒状。

3.2 净水器用载银活性炭质量指标应符合表1的要求。

表1 质量指标

项 目	指 标	
	A类	B类
水分 ^a /%	≤	10
强度(球磨法)/%	≥	90
碘吸附值/(mg/g)	≥	1 000
pH值		4.5~7.5
亚甲基蓝吸附值/(mg/g)	≥	135
灰分/%	≤	5
载银量/%		0.20~0.30 0.06~0.20
余氯去除率/%	≥	90
^a 也可根据用户需要规定水分含量。		

4 试验方法

本标准所用试剂和水均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。

4.1 水分

按 GB/T 12496.4 进行测定。

4.2 强度

按 GB/T 12496.6 进行测定。

4.3 碘吸附值

按 GB/T 12496.8 进行测定。

4.4 亚甲基蓝吸附值

按 GB/T 12496.10 进行测定。

4.5 pH 值

按 GB/T 12496.7 进行测定。

4.6 灰分

按 GB/T 12496.3 进行测定。

4.7 余氯去除率

4.7.1 原理

试液中余氯与邻联甲苯胺作用,生成黄色(或桔黄色)的二盐酸醌式邻联甲苯胺。

根据颜色的深浅与标准色阶比较,测出余氯含量。

4.7.2 试剂和溶液

4.7.2.1 邻联甲苯胺溶液:称取 0.14 g 邻联甲苯胺二酸盐(3,3-二氯酸二甲基联苯胺)溶于 50 mL 水中,边搅拌边加到 50 mL 盐酸溶液(浓盐酸与水的体积比为 3 : 7)中。装入棕色瓶中保存,保存时间 6 个月。

4.7.2.2 1 mg/L 余氯水:吸取 1.0 mL 次氯酸钠(NaClO),用水稀释至 500 mL (约为 35 mg/L)。准确移取上述溶液 14.3 mL 于 500 mL 容量瓶中,并稀释至标线,摇匀。此溶液余氯为 1 mg/L。

4.7.2.3 磷酸盐缓冲液储备液和磷酸盐缓冲工作液:称取 22.86 g 磷酸氢二钠,46.14 g 磷酸二氢钾,溶于 1 L 水中,制成缓冲储备液,准确移取上述缓冲液 200 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,并稀释至标线,摇匀,即为工作液。

4.7.2.4 重铬酸钾-铬酸钾溶液:将 4.65 g 铬酸钾和 1.55 g 重铬酸钾溶于部分工作液 4.7.2.3 中,并移入 1 000 mL 容量瓶中,用工作液稀释至标线,摇匀。

4.7.2.5 余氯标准比色液:按表 2 比例配制于 50 mL 比色管中。

根据表 2 中的数据,将重铬酸钾-铬酸钾溶液和磷酸盐缓冲工作液按比例进行混合,并加入 1 mL 邻联甲苯胺溶液显色,配制比色液。

表 2 余氯标准比色液配制比例

余氯浓度/(mg/L)	0.05	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60	0.70	0.80	0.90	1.00
重铬酸钾-铬酸钾溶液/mL	0.5	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0	6.0	7.0	8.0	9.0	10.0
磷酸盐缓冲工作液(pH=6.5)/mL	99.5	99.0	98.0	97.0	96.0	95.0	94.0	93.0	92.0	91.0	90.0

4.7.3 操作步骤

称取干燥试样 1.000 g,置于 250 mL 具塞三角烧瓶中,加入 1 mg/L 余氯水(4.7.2.2)100 mL,振摇 15 min 后过滤,弃去初滤液 20 mL,取滤液 50 mL 于比色管中,然后加入 1 mL 邻联甲苯胺溶液(4.7.2.1)显色,振摇 10 次,静置 3 min 后,立即在自然光线下与标准比色液(4.7.2.5)用肉眼比色,所得结果即为水中剩余游离性余氯的浓度。

4.7.4 结果计算

余氯去除率(R)按式(1)计算:

$$R = \frac{c - c_1}{c} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——未加炭时水中氯浓度,单位为毫克每升(mg/L);

c_1 ——经加炭后水中剩余氯浓度,单位为毫克每升(mg/L)。

4.7.5 允许差

两次平行试验读数允许相差 0.05,以算术平均值为结果,结果精确至小数点后 2 位。

4.8 银含量测定

4.8.1 化学法测定

4.8.1.1 原理

活性炭中银用混酸萃取,萃取液用铜试剂 $[\text{Cu}(\text{DDTC})_2]$ 铜比色法测定银含量。

4.8.1.2 仪器或设备

分光光度计。

4.8.1.3 试剂和溶液

4.8.1.3.1 混酸:盐酸(GB/T 622)50 mL、硝酸(GB/T 626)20 mL 溶于 500 mL 水中。

4.8.1.3.2 二乙氨基二硫代甲酸钠[GB/T 10727,Na(DDTC)]:1 g/L。

4.8.1.3.3 硫酸铜(GB/T 665, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$):称取 0.983 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 溶于 50 mL 水中。

4.8.1.3.4 缓冲溶液:0.5 mol/L 硝酸与 1.0 mol/L 三乙醇胺等体积混合。

0.5 mol/L 硝酸:量取硝酸 15.8 mL 于部分水中,并移入到 500 mL 容量瓶中,再稀释至标线,摇匀;

1.0 mol/L 三乙醇胺:量取三乙醇胺 85.4 mL 于部分水中,并移入到 500 mL 容量瓶中,再稀释至标线,摇匀。

4.8.1.3.5 二乙氨基二硫代甲酸铜-四氯化碳 $[\text{Cu}(\text{DDTC})_2\text{-CCl}_4]$ 溶液:取硫酸铜溶液(4.8.1.3.3)2 mL 于分液漏斗中,加水 20 mL,用氨水调至碱性,加入 Na(DDTC)(4.8.1.3.2)10 mL,摇匀,加入 100 mL 四

氯化碳剧烈振摇 2 min, 分层后, 移入棕色瓶保存(加入适量无水硫酸钠), 比色前用四氯化碳稀释至吸光度为 0.6~0.7。

4.8.1.3.6 酒石酸溶液(GB/T 1294): 50 g/L。

4.8.1.3.7 乙二胺四乙酸二钠(EDTA 二钠盐)(GB/T 1401): 50 g/L。

4.8.1.3.8 0.1% 甲基橙溶液: 称取甲基橙 0.1 g 溶于部分水中, 并移入到 100 mL 容量瓶中, 再稀释至标线, 摇匀。

4.8.1.3.9 氨水:(1+1)溶液。

4.8.1.3.10 硝酸银(GB/T 670)。

4.8.1.3.11 银标准溶液: 称取 1.574 8 g 硝酸银, 溶于 1 000 mL 容量瓶, 稀释至刻度, 此溶液浓度为 1 mg/mL 的储备液。临用前再配制成 5 μg/mL 标准溶液。

4.8.1.4 测试液制备

称取经粉碎至粒径 ≤ 71 μm(通过 200 目筛)的干燥试样 0.1 g(准确至 0.1 mg), 置于 100 mL 锥形烧瓶中, 用 100 mL 混酸(4.8.1.3.1)分 5 次, 每次 20 mL, 共缓和煮沸 20 min, 过滤于 100 mL 容量瓶中, 再用热水洗涤滤渣, 滤液和洗液合并, 并稀释至 100 mL。

4.8.1.5 铜试剂比色法

取试液(4.8.1.4)10 mL 加入酒石酸溶液(4.8.1.3.6)10 mL, EDTA 二钠盐溶液(4.8.1.3.7)10 mL, 甲基橙指示剂(4.8.1.3.8)2 滴, 用氨水(4.8.1.3.9)调至碱性, 并过量 3 滴~5 滴, 加缓冲溶液(4.8.1.3.4)10 mL 移入 100 mL 分液漏斗中, 稀释至 50 mL 左右, 加入 [Cu(DDTC)₂]-CCl₄ 溶液(4.8.1.3.5)10 mL。剧烈振摇 2 min, 分层后, 将有机相移入一预先加有稍许无水硫酸钠之带塞比色管中, 摇动数次, 于 435 nm 波长处比色, 以水为对照。

标准曲线绘制: 分别取含银 0 μg, 10 μg, 20 μg, 30 μg, 40 μg, 50 μg 的银标准溶液(4.8.1.3.11)于分液漏斗中, 同上述操作。

4.8.1.6 结果计算

载银活性炭的银含量(%)按式(2)计算:

$$X = \frac{m}{100} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X —— 活性炭的银含量, %;

m —— 从标准曲线上查出试验液中银的质量, 单位为微克(μg)。

4.8.2 原子吸收分光光度法

4.8.2.1 方法提要

用酸溶法处理技术是在常压下用酸分解样品。在原子吸收分光光度计上, 选用银空心阴极灯, 采用标准曲线法进行测定。

4.8.2.2 仪器和设备

原子吸收分光光度计(配有银空心阴极灯)。

4.8.2.3 试剂和溶液

4.8.2.3.1 浓硫酸(GB/T 6257)。

4.8.2.3.2 高氯酸(GB/T 623)。

4.8.2.3.3 浓硝酸(GB/T 626)。

4.8.2.3.4 银标准溶液:1 000 mg/L。

4.8.2.4 测试液的制备

称取经粉碎至 $\leq 71 \mu\text{m}$ (通过 200 目筛)的试样 0.05 g(准确至 0.000 1 g),置于 50 mL 烧杯中,在通风橱内,向烧杯中准确加入 8 mL 浓硫酸(或浓硝酸),1 mL 高氯酸,然后将烧杯置于电炉上高温加热。当烧杯内有白烟开始产生时,向烧杯中开始逐滴加入高氯酸,至试样被完全消解,溶液呈澄清状。然后停止加热,将烧杯内的溶液冷却后移入 100 mL 容量瓶中,并稀释至标线,摇匀。同时配制空白试验液。

4.8.2.5 标准曲线的绘制

银标准溶液:准确移取银标准液 5.0 mL 移入 50 mL 容量瓶中,稀释至标线,摇匀。此溶液含银 100 mg/L。

用移液管移取 0 mL、0.5 mL、1.0 mL、5.0 mL 银标准溶液储备液分别置于 4 个 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。配制成 0 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L、5.0 mg/L 浓度的银标准系列溶液。然后在原子吸收分光光度计上,选用银空心阴极灯,于 328 nm 波长处,用水作参比液调零,待仪器稳定后,测量上述 4 个标准溶液的吸光度。

从标准溶液的吸光度中减去空白溶液的吸光度,以银的浓度为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

4.8.2.6 银的测定

在原子吸收分光光度计上,选用银空心阴极灯,于 328 nm 波长下,用水作参比液调零,待仪器稳定后,测量测试液的吸光度。根据测得的吸光度,从标准曲线中查出银的浓度(mg/L)。

4.8.2.7 结果计算

载银量(X)按式(3)计算,以%表示,结果保留小数点后两位。

$$X = \frac{(c - c_0) \times V}{m \times (1 - W)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

X ——载银量,%;

c ——由标准曲线查出的银浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

c_0 ——所测空白试液中银元素的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——试液的总体积,单位为升(L);

m ——试样的质量,单位为毫克(mg);

W ——试样的水分质量分数。

两次平行试验计算数据允许相差 0.02,实验结果以平行测定结果的算术平均值为准,结果保留小数点后两位。

5 检验规则

5.1 组批单元

每批的质量不超过 1 t。

5.2 抽样规则

5.2.1 每批样品数:按 GB/T 6678 执行。选取采样单元数的规定见表 3。

表 3 采样单元数

总体物料的单元数	选取的最少单元数
1~10	全部单元
11~49	11
50~64	12
65~81	13
82~101	14
102~125	15
126~151	16
152~181	17
182~216	18
217~254	19
255~296	20
297~343	21
344~394	22
395~450	23
451~512	24

5.2.2 样品量:所抽样品量不少于 140 g。

将抽取的样品充分混匀,以四分法缩分样品,选取 140 g 分别装入 2 个具磨口塞的清洁干燥的玻璃瓶中,瓶上粘贴标签,注明制造厂名称、产品型号、等级、批号、抽样日期,一瓶进行检验,一瓶留存备检。

5.2.3 抽样器须洁净无锈,顺着包装件的对角方向插入其深度四分之三处。

5.3 判定规则

检验结果中有一项不合格指标要求,应重新自 2 倍量的包装中选取试样进行检验,复检结果仍不合格,则本批产品判为不合格品。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志:产品包装上应有制造厂名、产品名称、商标、产品型号及标记、制造日期或生产批号、产品的主要参数、产品净重。

6.2 包装:内层应密封防潮,并加适当的外包装。

6.3 运输:运输中应防止雨淋,注意轻装、轻卸。

6.4 贮存:存放在阴凉、通风干燥处。

中华人民共和国林业
行业标准

净水用载银活性炭

LY/T 1331—2014

*

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.gb168.cn

服务热线: 400-168-0010

010-68522006

2014年12月第一版

*

书号: 155066·2-27956

版权专有 侵权必究



LY/T 1331-2014

中国标准出版社授权北京万方数据股份有限公司在中国境内(不含港澳台地区)推广使用