

ICS 97.160
W 57

DB32

江 苏 省 地 方 标 准

DB32/T 2770—2015

活性炭纤维通用技术要求与测试方法

Technical requirements and test way for activated carbon fiber

2015-06-15 发布

2015-08-15 实施

江苏省质量技术监督局 发布



前　　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由江苏苏通碳纤维有限公司提出。

本标准起草单位：江苏苏通碳纤维有限公司、南通市纤维检验所、江苏省纤维检验局。

本标准正文部分（产品标准）主要起草人：徐鸿燕、康宁、成广明、陈植民、鲍炎庆。

本标准附录部分（方法标准）主要起草人：徐建东、葛元宇、钱薇薇、王洋、徐鸿燕。

活性炭纤维通用技术要求与测试方法

1 范围

本标准规定了活性炭纤维的型号、技术要求、组批与抽样、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于以粘胶基纤维为基材制得的活性炭，包括毡、布，以其他纤维为基材制成的活性炭纤维可参照执行。

本标准主要为活性炭纤维生产企业的生产、检验及验收提供依据。

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 191 包装储运图示标志
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 690 化学试剂 苯
- GB/T 6529 纺织品 调湿和试验用标准大气
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 19587 气体吸附 BET 法测定固态物质比表面积

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

活性炭纤维 activated carbon fiber; ACF

活性炭纤维，亦称纤维状活性炭，是指经过活化的含炭纤维。将某种含碳纤维(如粘胶基纤维、沥青基纤维等)经过高温活化，使其表面产生纳米级的孔径，增加比表面积，从而改变其物化特性。

3.2

BET 比表面积(m^2/g) specific surface area

比表面积是指单位质量物料所具有的总面积。本标准所称的 BET 比表面积是按照 GB/T 19587 的规定测得的比表面积，其原理是测试不同分压下待测样品对氮气的绝对吸附量，通过 BET 理论计算出单层吸附量，从而求出比表面积。

3.3

单位面积质量偏差率 deviation rate of mass per unit area

活性炭纤维试样每平方米克重的实测值与标称值的差异占标称值的百分比。

3.4

幅宽偏差率 deviation rate of breadth

活性炭纤维试样幅宽的实测值与标称值的差异占标称值的百分比。

3.5

苯吸附量 benzene adsorption amount

在规定测试条件下,单位质量测试样品吸附苯蒸气的质量分数。

3.6

碘吸附量 iodine adsorption amount

在规定测试条件下,单位质量测试样品吸附碘的质量分数。

3.7

含水率 rate of water content

活性炭纤维中水分的质量占纤维湿重的百分数。

注: 活性炭纤维的含水率不同,其质量也不同。为了消除因含水率不同而引起的质量差异,满足贸易和检验的需要,本标准对活性炭纤维的含水率规定了相应的标准,称为公定含水率(official rate of water content)。

3.8

pH 值 pH value

在规定测试条件下,活性炭纤维萃取液测得的 pH 值。

3.9

灰分 ash content

在规定测试条件下,活性炭纤维试样的灼烧残渣占原试样质量的百分比。

3.10

毛重 gross weight

活性炭纤维及其包装物质量之和。

3.11

净重 wet weight

毛重扣减包装物重量以后的质量。

3.12

公定重量 conditional weight

净重按实际含水率折算成公定含水率后的质量。

4 产品型号

4.1 产品型号分类按表 1 规定。

表 1 型号分类

型号	700	900	1 100	1 300	1 500	1 700	1 900
BET 比表面积/(m ² /g)	≥700	≥900	≥1 100	≥1 300	≥1 500	≥1 700	≥1 900

4.2 产品代号编写方法见图 1。

**图 1 产品代号编写方法**

注 1:(毡:Felt;布:Textile)

注 2:例如 ACF-F-1 100 表示型号为 1 100(比表面积 $\geq 1\text{ }100\text{ m}^2/\text{g}$)活性炭纤维毡。

表 2 内在质量指标

序号	项 目	指 标						
		G	F	E	D	C	B	A
1	BET 比表面积/(m^2/g)	≥ 700	≥ 900	$\geq 1\text{ }100$	$\geq 1\text{ }300$	$\geq 1\text{ }500$	$\geq 1\text{ }700$	$\geq 1\text{ }900$
2	单位面积质量偏差率/%	$\pm 10\%$						
3	幅宽偏差率/%	$\pm 2\%$						
4	苯吸附量/%	静态	≥ 30	≥ 35	≥ 40	≥ 45	≥ 50	≥ 65
		动态 ($20\text{ }^\circ\text{C}$ $p/p_s = 0.175$)	≥ 20	≥ 25	≥ 30	≥ 35	≥ 40	≥ 55
5	碘吸附量/%	≥ 60	≥ 70	≥ 90	≥ 110	≥ 130	≥ 150	≥ 170
6	含水率/%	≤ 25						
7	pH 值	$5.0\sim 7.0$						
8	灰分/%	≤ 5						

5 技术要求

5.1 活性炭纤维分为 A、B、C、D、E、F、G ,共 7 个档次。

5.2 活性炭纤维技术要求分为外观质量和内在质量。

——外观质量要求呈黑色毡状或布状,表面应平整、厚薄均匀,无焦油、盐斑、破洞。

——内在质量指标,应符合表 2 的规定。

5.3 活性碳纤维公定含水率为 15%。

6 组批与抽样

6.1 同一生产条件下生产的相同型号、相同规格(幅宽、克重)的产品为同一批次,交付的批量产品无法区分批号的,认定同一交货批为同一批次。

6.2 从同一批产品中随机抽取样品数,抽样方案见表 3。

表 3 抽样方案

包装件数	抽取样品的包装件数
1~2	全部
3~100	2
101~200	3
201~400	4
401~600	5
≥ 601	10

6.3 外观质量对抽取样品进行全数检验。

6.4 内在质量抽样方法：

- a) 从每个样品的卷装上剥去表面两到三层，在样品的长度方向均匀剪取长度约为3 g~5 g试样，立即用厚度不小于0.1 mm具有良好保水性的塑料袋密封保存，用于含水率测试；另取1.2 m试验室样品用于其他内在性能测试。试验室样品上不应包含影响试验结果的任何疵点。
- b) 幅宽在试验室样品上直接测量；其他检验项目的试样从每个试验室样品距离幅边至少5 cm处均匀剪取试样。

7 试验方法

7.1 通则

实验用标准滴定溶液、标准溶液、制剂及制品，均按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的规定制备，实验用水应符合GB/T 6682中三级水规格。

7.2 外观质量

7.2.1 在自然状态下退卷，在平面上以目测法进行检验。

7.2.2 仲裁检验所需样品带回实验室检验以目测法进行检验。检验时产品表面照度不低于600 lx，检验人员眼部距离产品约1 m。

7.3 内在质量

7.3.1 比表面积检测按GB/T 19587规定执行。

7.3.2 单位面积质量偏差检测按附录A执行。

7.3.3 幅宽偏差检测按附录B执行。

7.3.4 苯吸附量

7.3.4.1 静态苯吸附量检测按附录C.1执行。

7.3.4.2 动态苯吸附量检测按附录C.2执行。

7.3.5 碘吸附量检测按附录D执行。

7.3.6 含水率检测与公定重量折算方法按附录E执行。

7.3.7 pH值检测按附录F执行。

7.3.8 灰分检测按附录G执行。

8 检验规则

8.1 检验分类

产品检验分出厂检验和型式检验。

8.2 出厂检验

产品出厂检验应逐批进行检验，检验合格并附有质量合格证明后方可出厂。合格证明上应注明产品名称、型号、批次、生产日期、执行标准编号、档次。出厂检验的必检项目为外观质量、单位面积质量偏差率、幅宽偏差率、苯吸附量(动态、静态)、含水率。

8.3 型式检验

产品型式检验为第4章中全部项目。有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 新产品试制鉴定投产时；
- b) 正式投产后,如原料、生产工艺有较大改变,可能影响产品质量时；
- c) 停产 3 个月及以上,恢复生产时；
- d) 正常生产每年进行一次；
- e) 客户要求或出现质量异议时；
- f) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- g) 国家质量监督部门提出要求时。

8.4 检验规则

8.4.1 外观质量对抽取的样品按 5.2.1 要求评定,如样品全部符合,则评定批量产品外观质量合格;如有一个样品外观不符合,则应重新双倍取样进行检验,如仍有一个样品不符合,则评定批量产品外观质量为低于 G 档。

8.4.2 内在质量对抽取样品按 5.2.2 要求逐项评定,每一样品按最低一项指标定档,如一个样品有一项指标低于 G 档,则评定该样品内在质量为低于 G 档;内在质量的批判定按所有样品的最低档次评定。

8.4.3 综合质量批判定按外观质量和内在质量的最低档次评定;如产品外观质量或内在质量如有一项低于 G 档,则综合质量批判定低于 G 档。

9 标志、包装、贮存和运输

9.1 标志

产品包装上至少应注明下列内容:产品名称、产品代号(型号、类别)、规格(幅宽、平方米克重)、产品标准编号、档次、重量(毛重、净重、公定重量)、生产日期、制造厂名、地址等。

9.2 包装

产品按卷包装,内包装采用透明气密性薄膜,外包装采用硬质纸箱,包装内附有产品质量合格证明。包装贮运图标标志应符合 GB/T 191 的规定。

9.3 运输

运输时应轻装轻卸,防止重压,防止日晒雨淋。

9.4 贮存

产品应贮存干燥、通风、清洁的仓库内,堆放应有垫板,防止受潮。不得与易燃物品及化学药品放在一处。

9.5 如用户有特殊要求,标志、包装由供需双方自行确定。

附录 A (规范性附录)

A.1 原理

按切割器裁取试样测试其质量,计算每平方米的质量。计算实测值与标称值差异占标称值的百分比。

A.2 仪器和工具

- A.2.1 切割器(精确度为±1%),能切割 10 cm×10 cm 的方形试样或面积为 100 cm² 的圆形试样。
A.2.2 称量天平:感量 0.001 g。

A.3 试验用标准大气

标准大气按 GB/T 6529 规定,温度(20±2)℃;湿度 65%±4%。

A.4 试验准备

- A.4.1 试验前样品应在烘箱内烘至绝对干燥为止。
A.4.2 用切割器裁取面积为 0.01 m^2 试样 5 块。

A.5 试验方法

在试验用标准大气里,将经过调湿平衡后的每块试样在天平上称其质量,读数精确到 0.001 g。

A.6 结果计算

- A.6.1 计算 5 块试样质量的算术平均值,计算结果按 GB/T 8170 修约后保留小数点后 2 位。
A.6.2 按式(A.1)计算出每平方米质量:

$$G = m \times 100$$

式中：

G ——单位面积质量, 单位为克每平方米(g/m^2)。

m ——试样质量的算术平均值, 单位为克(g)。

- A.6.3 按式(A.2)计算出每平方米质量偏差,计算结果按 GB/T 8170 修约到个位数。

$$\alpha = \frac{G - G_0}{G_0} \times 100\% \quad \dots \quad (A.2)$$

武中。

G_0 ——单位面积质量明示值,单位为克每平方米(g/m^2);

a ——单位面积质量偏差率。

附录 B (规范性附录)

B.1 方法原理

用卡尺(或直尺),测量样本的幅宽(cm)。

B.2 工具

卡尺(或直尺),刻度精确到 1 mm。

B.3 试验用标准大气

标准大气按 GB/T 6529 规定,温度(20±2)℃;湿度 65%±4%。

B.4 试验准备

试验前样品应在标准大气条件下调湿 24 h,或样品在标准大气中,使空气畅通地流过样品,直至每隔 2 h 样品,差异不超过 0.25%时为止。

B.5 试验方法

将样品平摊在检验台上,用手轻轻理平,使样品呈自然伸缩状态,用尺子在整个产品长度方向的四分之一、二分之一和四分之三处测量幅宽,读数精确到 1 mm。计算取 3 次结幅宽的平均值 L , 计算结果按 GB 8170 修约后保留小数点后 2 位。

B.6 计算结果

按式(B.1)计算幅宽的偏差率:

$$P = \frac{L - L_0}{L_0} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (B.1)$$

式中：

P ——幅宽偏差率；

L ——3次结幅宽的平均值,单位为毫米(mm);

L_0 ——幅宽明示值,单位为毫米(mm)。

计算结果按 GB/T 8170 修约后保留小数点后 1 位。

附录 C
(规范性附录)
苯吸附量测试

C.1 苯静态吸附量测试方法

C.1.1 原理

在规定的试验条件下,将试样置于苯的饱和蒸气压环境中,当吸附平衡后,以试样所吸附的苯的质量与吸附前试样质量的百分比,表示试样对苯蒸气的静态吸附能力。

C.1.2 仪器、装置

C.1.2.1 苯蒸气浴,分上下两部分,以磨口连接,上部为球形冷凝管,下部为广口瓶,瓶径 7 cm,高 14 cm,距底部 3.5 cm 处有一带孔隔板,放试样瓶用,隔板下面为纯苯,高度 2 cm。装置示意图见图 C.1;
注:本装置也可使用玻璃干燥器替代。

C.1.2.2 天平:感量 $0.1 \leq mg$;

C.1.2.3 电热恒温干燥箱: $0^{\circ}\text{C} \sim 300^{\circ}\text{C}$;

C.1.2.4 恒温水浴: $(25 \pm 2)^{\circ}\text{C}$,水面深度不低于仪器内试样瓶上部的相应位置;

C.1.2.5 带盖称量瓶:磨口矮形(已知干燥质量);

C.1.2.6 干燥器:内装无水氯化钙或变色硅胶。

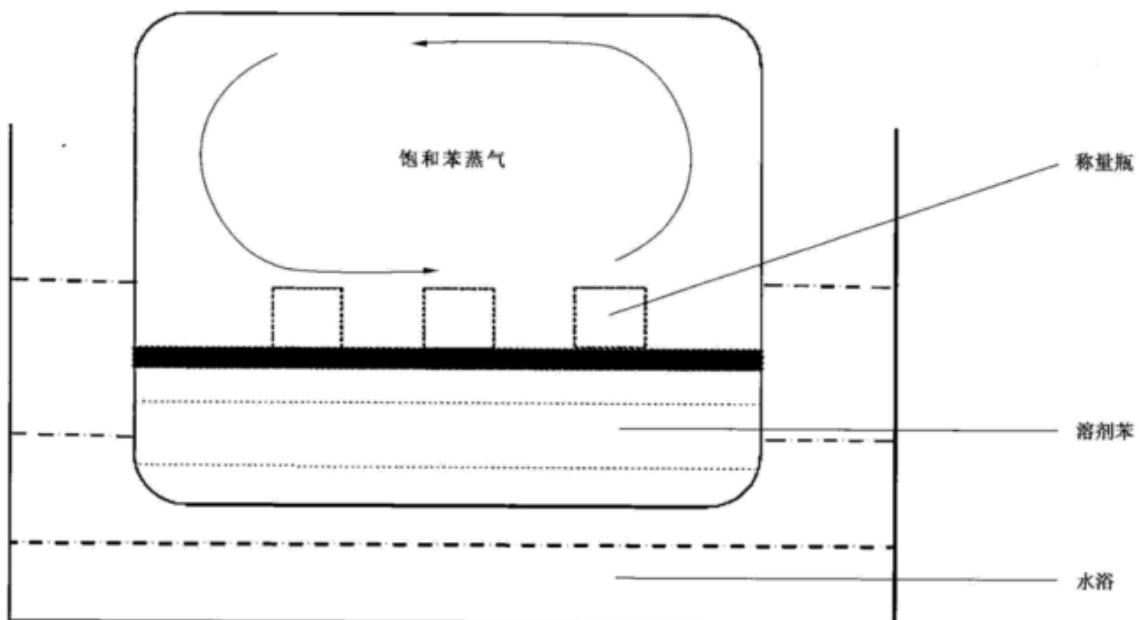


图 C.1 静态吸附装置示意图

C.1.3 试剂

苯,符合 GB/T 690,分析纯。

C.1.4 测试步骤

- C.1.4.1 取试样约 5 g, 将试样剪成 5 mm×5 mm 小块, 用预先烘干恒重的带盖称量瓶, 称取试样 1 g 左右;

C.1.4.2 将装有试样的称量瓶打开盖子, 置于温度调制在(115±5)℃的电热恒温干燥箱内烘干 3 h;

C.1.4.3 取出称量瓶, 盖上盖子, 放入干燥器内, 冷却至室温, 备用;

C.1.4.4 打开苯蒸气浴, 至饱和状态备用;

C.1.4.5 用称量瓶称取烘干后试样 0.5 g±0.005 g;

C.1.4.6 将试样与称量瓶置于已饱和苯蒸气环境中, 吸附 1.5 h, 将装置从水浴取出, 在空气中冷却 5 min, 关闭冷却水, 打开广口瓶, 取出试样与称量瓶, 盖上瓶盖, 放入干燥器内, 冷却 20 min, 准确称取其质量(精确至 0.1 mg)。

C.1.4.7 按 C.1.4.6 步骤将同一空称量瓶进行空白试验或在实验过程中称取空称量瓶吸附前后的质量。

C.1.5 结果计算

按式(C.1)计算苯静态吸附率

$$p = \frac{m - m_0 - M + M_0}{m_0} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (C.1)$$

式中：

p ——苯静态吸附率；

m ——吸附后试样和称量瓶质量, 单位为克(g);

m_0 ——吸附前试样和称量瓶质量, 单位为克(g);

M —— 吸附后空称量瓶质量, 单位为克(g);

M_0 ——吸附前空称量瓶质量,单位为克(g)。

计算结果按 GB/T 8170 修约后保留小数点后两位, 最终结果取三只试样结果的平均值, 保留小数点后 1 位。

C.2 苯动态吸附量测试方法

C.2.1 原理

20 ℃条件下含相对蒸气压为 0.175 的苯蒸气的空气以一定的流量连续通过吸附装置,试样吸附装置中不断吸附苯,质量不断增加,其质量的增值用石英弹簧的伸长来表示,石英弹簧的伸长与活性炭吸附苯后质量增量成正比(或使用计算机控制电子天平连续记录试样质量数值),吸附平衡后,以单位质量样品吸附苯的质量表征活性炭纤维对苯的动态吸附性能。

C.2.2 仪器

C.2.2.1 动态吸附装置

C.2.2.1.1 动态吸附装置(石英弹簧法)

——石英弹簧法示意图，见图 C.2。

——气体发生混合器，见图 C.3。

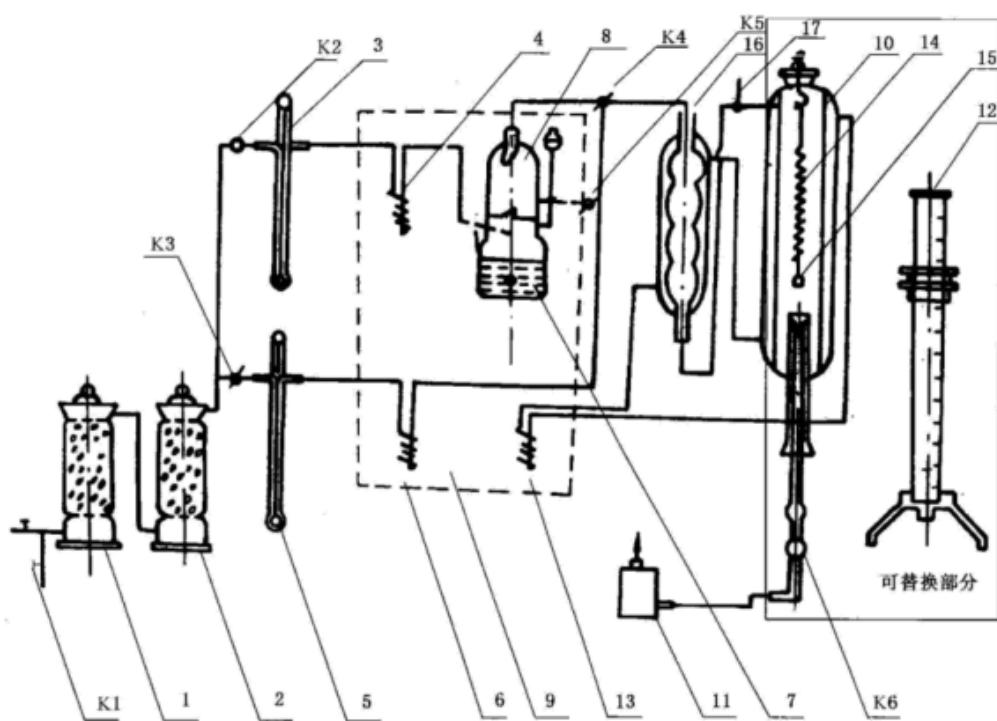


图 C.2 动态吸附装置(石英弹簧法)示意图

说明：

- 1、2 —— 气体干燥塔；
- 3、5 —— 气体流量计；
- 4、6、13 —— 调温用蛇形管；
- 7 —— 苯；
- 8 —— 气体发生混合器；
- 9 —— 恒温水浴(图中虚线)；
- 10 —— 吸附管；
- 11 —— 尾气过滤装置；
- 12 —— 测高仪；
- 14 —— 石英弹簧；
- 15 —— 托盘；
- 16 —— 预热管；
- 17 —— 温度计；
- K1~K6 —— 活塞(K4 为三通活塞)。

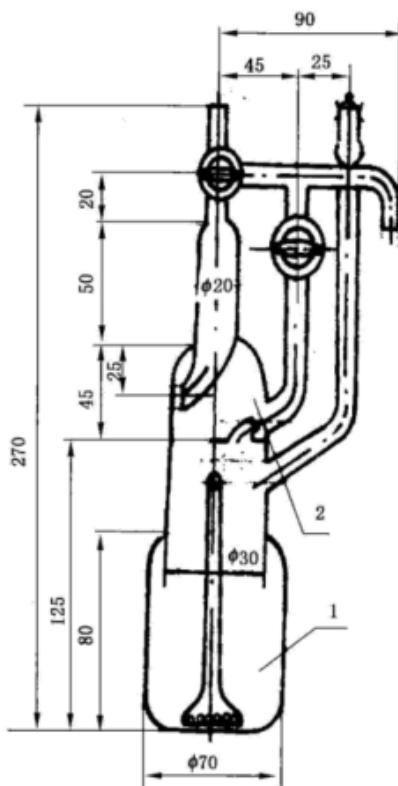


图 C.3 气体发生混合装置

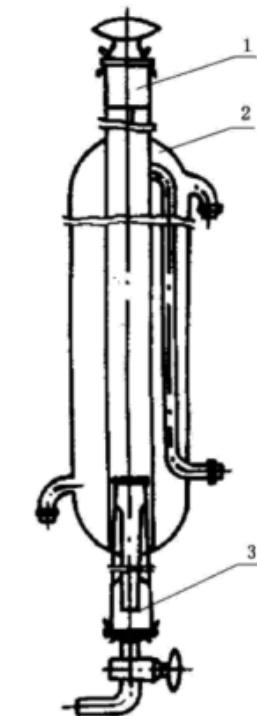
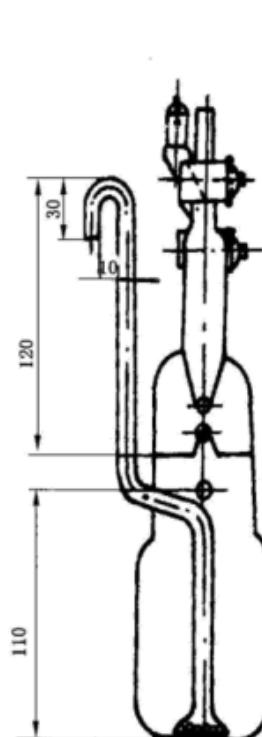


图 C.4 吸附管(石英弹簧法)

气体发生混合器,结构如图 C.3 所示,它由蒸气发生器 1 和混合器 2 构成,从加料口加入苯,其体积为蒸气发生器容积的 2/3(使用时,当液面下降至 1/3 时必须加苯),加料完毕,在瓶口涂覆一层凡士林,盖紧后用橡皮筋将盖与料口捆紧。

——吸附管(石英弹簧法),见图 C.4。吸附管,如图 C.4 所示,由管盖 1、管体 2 和托管 3 组成。安装时,吸附管要求垂直、牢固、不易受振动,石英弹簧钩于管盖小钩上,挂于吸附管中,不要偏向一边,吸附管各磨口处均不得涂凡士林以便清晰观察石英弹簧伸长,可在吸附管附近安装日光灯,吸附管的外套管内通入恒温水浴,试验时保持恒温。

C.2.2.1.2 动态吸附装置(电子天平法)

——电子天平法示意图,见图 C.6。

——电子天平法在气体发生混合部分与石英弹簧法相同。不同之处(将图 C.2 中可替换部分部件连接更换为图 C.5 部件连接)在于对样品吸附苯,质量增量的计量方法不同。采用与计算机可联机的电子天平,每隔 1 min 自动记录一次质量数,可以获得样品对苯的吸附曲线,便于研究样品的吸附动力学。使用的吸附管及系统组合如图 C.5 和图 C.6 所示。

C.2.2.2 电子天平:精度 0.1 mg。

C.2.2.3 烘箱:(115±5)℃。

C.2.2.4 测高仪:精度 0.05 mm。

C.2.2.5 恒温水浴:(20±0.5)℃。

C.2.2.6 石英弹簧:石英丝直径 0.2 mm,螺旋圈直径 10 mm,螺旋管圈数 100 圈~120 圈,灵敏度 2 mg/mm~4 mg/mm,最大负荷 1 g。

C.2.2.7 干燥器:内装无水氯化钙或变色硅胶。

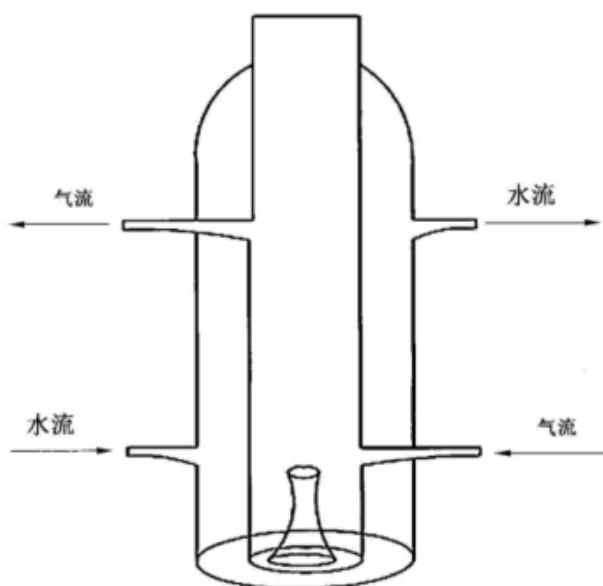


图 C.5 吸附管(电子天平法)

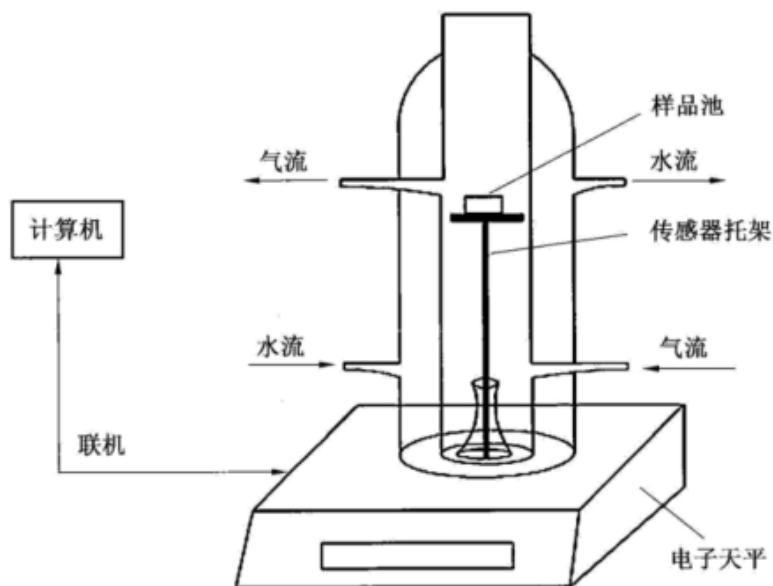


图 C.6 系统组合(电子天平法)示意图

C.2.3 试剂

C.2.3.1 干燥空气,由空气压缩机等输出的空气,须经干燥剂干燥后进入试验装置。

C.2.3.2 苯,符合 GB/T 690 分析纯。

C.2.4 试验条件

C.2.4.1 相对蒸气压 $p/p_s = 0.175$ 苯蒸气的配制

目前,行业惯例使用的苯的动态吸附值是在 20 ℃相对蒸气压为 $p/p_s = 0.175$ 条件下测得,一定温度下,相对蒸气压与气体流量关系见式(C.2)。

将恒温水浴体系调节至所需温度(20 ± 0.5)℃,将苯注入气体发生混合瓶中,通过调节图 C.2 中旋

塞 K2, 调整干燥空气流量, 使流量值 q_2 (L/min) 达到式(C.2)的计算量; 同时通过调节旋塞 K3、K5, 使稀释的干燥空气流量值 q_1 (L/min) 达到设定量。

$$p/p_* = \frac{q_2}{q_1 + q_2 - q_1(p_*/p_A)} \quad \dots \dots \dots \quad (C.2)$$

式中：

q_1 ——稀释用干燥空气的流量,单位为升每分钟(L/min);

q_2 ——流向苯蒸气发生瓶的干燥空气的流量,单位为升每分钟(L/min);

P_s ——温度为20℃时的苯饱和蒸气压,单位为千帕(20℃时苯的饱和蒸气压=10 kPa);

p_A —测定时的大气压, kPa(一个大气压 = 101.325 kPa)。

C.2.4.2 计算示例

以下表示温度为 20 °C, 苯的相对蒸气压 $p/p_s = 0.175$ 时的计算示例。

已知 20 °C 时的苯饱和蒸气压为 13.33 kPa, 设定 $q_1 = 1.0 \text{ L/min}$, 计算 q_2 , 见式(C.3);

$$0.175 = \frac{q_z}{1 + q_z - 1 \times (10/101.325)} \quad \dots \dots \dots \quad (C.3)$$

解得: $q_2 = 0.19 \text{ L/min.}$

如图 C.2 所示, 调节旋塞 K2 的开度, 使干燥空气以 0.19 L/min 的流量流过图 C.2 流量计 3, 同样地, 调节旋塞 K3、K5 的开度, 使干燥空气以 1.0 L/min 的流量流过流量计 5。这样, 就能得到 20°C 相对蒸气压为 0.175 的苯蒸气混合空气。

C.2.5 操作步骤

C.2.5.1 试样准备

将试样剪成 $5\text{ mm}\times 5\text{ mm}$ 小块,取试样 $3\text{ g}\sim 5\text{ g}$ 在 $(115\pm 5)^\circ\text{C}$ 烘干 3 h ,置于干燥器中冷却,备用。

C.2.5.2 石英弹簧法操作步骤

C.2.5.2.1 如图 C.2 安装装置，并进行气密检查，方法是将活塞 K4 和吸附管连接处卸下，安上血压计，打开活塞 K2、K3、K4、K5，通空气，使整个仪器压力达到 13.3 kPa，然后关闭活塞 K2、K3，在 1 min 内压力下降不超过 0.266 kPa 为气密，否则应检查各部件，将其修正或更换。

C.2.5.2.2 打开恒温水浴电源开关,温度控制在(20±0.5)℃,使得吸附管内通过水浴保温(20±0.5)℃(恒温时间不少于30 min)。

C.2.5.2.3 取出吸附管的管盖,挂上石英弹簧和小盘,放入吸附管中,切勿使石英弹簧倾斜,待石英弹簧稳定后,用测高仪测定空盘零点,记录读取。

C.2.5.2.4 慢慢提起吸附管的管盖，迅速轻放 200 mg~300 mg 试样于小盘内，重新放入吸附管内，放时要注意石英弹簧下钩位置，应与未装样品时一致。

C.2.5.2.5 上升吸附管的托管，托起小盘使小盘座于托管口上，使托管另一磨口与吸附管磨口密合。

C.2.5.2.6 打开活塞 K3,使三通活塞 K4 与吸附管相通,开压缩空气总开关,活塞 K1 和活塞 K3,使流量计 5 保持在 1.0 L/min 流量下稳定。

C.2.5.2.7 在吸附管内,连续通清洁空气 30 min,慢慢下降托管,使小盘成自由状态,待其稳定后,用测高仪定装有试样时小盘的位置,记下读数。

C.2.5.2.8 重新上升托管，托起小盘，然后打开活塞 K5、旋转三通活塞 K4，使蒸发器上部的混合室与吸附管接通，慢慢打开活塞 K2，使流量计 3 保持在 0.19 L/min 流量下稳定。

C.2.5.2.9 使进入吸附管内的流量始终保持恒定,连续通苯蒸气 30 min 后,放下托管,使小盘成自由状态,用测高仪观察试样吸苯后的位置,记录读数,直到两次读数差不超过 0.05 mm 时,认为吸附达到平衡。

衡,即可结束此点测定。

C.2.5.3 电子天平法操作步骤

C.2.5.3.1 安装完进行气密检查,方法是将活塞 K4 和吸附管连接处卸下,安上血压计,打开活塞 K2、K3、K4、K5,通空气,使整个仪器压力达到 13.3 kPa,然后关闭活塞 K2、K3,在 1 min 内压力下降不超过 0.266 kPa 为气密,否则应检查各部件,将其修正或更换。

C.2.5.3.2 打开恒温水浴电源开关,温度控制在(20±0.5)℃,使得吸附管内通过水浴保温(20±0.5)℃(恒温时间不少于 30 min)。

C.2.5.3.3 取出吸附管的管盖,在传感器托架上放置空样品池,盖上管盖,打开活塞 K3,使三通活塞 K4 与吸附管相通,开压缩空气总开关,活塞 K1 和活塞 K3,使流量计 5 保持在 1.0 L/min 流量,慢慢打开活塞 K2,使流量计 3 保持在 0.19 L/min 流量下稳定,电子天平去皮清零,启动软件开始记录数据,设定每分钟记数一次。

C.2.5.3.4 慢慢提起吸附管的管盖,迅速轻放 200 mg~300 mg 试样于样品池中,盖紧管盖。

C.2.5.3.5 当吸附平衡后,关闭气路,清除样品。

C.2.6 结果计算

C.2.6.1 石英弹簧法

按式(C.4)计算结果,保留小数点后 1 位。

$$Q = \frac{l_1 - l_2}{l_2 - l_0} \times 100\% \quad \text{.....(C.4)}$$

式中:

Q ——测试条件下,试样对苯蒸气的平衡吸附量;

l_0 ——未加试样时,石英弹簧的伸长,单位为厘米(cm);

l_1 ——试样吸附苯蒸气平衡后,石英弹簧的伸长,单位为厘米(cm);

l_2 ——加入试样后,石英弹簧的伸长,单位为厘米(cm)。

C.2.6.2 电子天平法

按式(C.5)计算结果,保留小数点后 1 位。

$$Q = \frac{G_1 - G_0}{G_0} \times 100\% \quad \text{.....(C.5)}$$

式中:

Q ——测试条件下,试样对苯蒸气的平衡吸附量;

G_0 ——试样质量,单位为克(g);

G_1 ——试样吸附苯蒸气平衡后,试样质量,单位为克(g)。

C.2.6.3 精确度

每个试样进行两次测试,取算术平均值为测试结果,有效数字取小数点后 1 位。

两次平行测试结果的绝对差值应≤5%,若差值绝对值>5%,则进行第三次试验,取合乎要求的两个数值的均值作为测试结果。若三个数值之间的差值均大于要求,则试验作废,重新取样进行测试。

附录 D
(规范性附录)
碘吸附量测试方法

D.1 原理

在规定条件下,定量的试样与碘液充分振荡吸附后,用滴定法测试溶液残留碘量,求出每克试样吸附碘的毫克数。测定三个等温吸附点,绘制吸附等温线。取剩余碘浓度[$c(\frac{1}{2}I_2)=0.02\text{ mol/L}$]下每克试样吸附的碘量表示。

D.2 试剂和溶液

D.2.1 试剂

- D.2.1.1 碘:符合 GB/T 675 中分析纯的规定。
- D.2.1.2 碘化钾:符合 GB 1272 中分析纯的规定。
- D.2.1.3 硫代硫酸钠:符合 GB/T 637 中分析纯的规定。
- D.2.1.4 可溶性淀粉:符合 HG/T 2759 中指示剂的规定。
- D.2.1.5 三级水:符合 GB/T 6682 的规定。
- D.2.1.6 盐酸:符合 GB/T 622 中分析纯的规定。
- D.2.1.7 碳酸钠:符合 GB/T 639 中分析纯的规定。

D.2.2 溶液及其配制

- D.2.2.1 碘标准溶液: $c(\frac{1}{2}I_2)=0.1\text{ mol/L}$,按 GB/T 601 方法配制和标定,调节碘的浓度在(0.100±0.001)mol/L 范围内。
- D.2.2.2 硫代硫酸钠标准溶液: $c(Na_2S_2O_3)=0.100\text{ mol/L}$,按 GB/T 601 方法配制和标定。
- D.2.2.3 淀粉指示液:10 g/L,按 GB/T 603 方法配制。
- D.2.2.4 盐酸溶液:5%,按 GB/T 603 方法配制。

D.3 仪器、装置

- D.3.1 天平:感量 0.000 1 g。
- D.3.2 电热恒温干燥箱:0 ℃~300 ℃。
- D.3.3 振荡器:频率约 240 次/min,振幅约 36 mm。
- D.3.4 干燥器:内装无水氯化钙或变色硅胶。
- D.3.5 移液管:2.0 mL、10.0 mL、50.0 mL、100.0 mL。
- D.3.6 锥形烧瓶:带磨口玻璃塞,250 mL。
- D.3.7 容量瓶:1 000.0 mL。
- D.3.8 滴定管。
- D.3.9 离心机:4 000 r/min。

D.4 试样制备

将试样剪成 5 mm×5 mm 小块, 取试样 3 g~5 g 在(115±5)℃烘干 3 h, 置于干燥器中冷却, 备用。

D.5 测试步骤

D.5.1 称取不同质量 3 份制备好的试样, 精确至 0.000 1 g。

D.5.2 将试样分别放入容量为 250 mL 干燥的磨口锥形瓶中, 用移液管取 10.0 mL 盐酸加入每个锥形瓶中, 塞好玻璃塞, 摆动使试样浸润。拔去塞子, 加热至沸, 微沸 30 s, 除去干扰的硫, 冷却至室温。

D.5.3 用移液管分别取 100.0 mL 的碘标准溶液依次加入上述各锥形瓶(碘标准溶液使用前现标定), 立即塞好玻璃塞, 置于振荡器上振荡 15 min, 静置 5 min 后用离心机分离。

D.5.4 各取 50.0 mL 澄清液, 分别放入 250 mL 的锥形瓶中, 用硫代硫酸钠标准溶液进行滴定。当溶液呈淡黄色时, 加入 2 mL 淀粉指示液, 并继续滴定至蓝色消失为止。分别记下消耗的硫代硫酸钠标准溶液体积。

D.5.5 重复 D.5.1~D.5.4 步骤再做一份试样。

D.6 测试结果的处理

D.6.1 试样使用剂量计算

试样使用剂量按式(D.1)计算:

$$m = \frac{126.90[V_1c_1 - (V_1 + V_3)c]}{E} \quad \text{.....(D.1)}$$

式中:

m ——试样使用剂量, 单位为克(g);

V_1 ——加入的碘标准溶液体积, 单位为毫升(mL);

c_1 ——碘标准溶液浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

V_3 ——加入的盐酸体积, 单位为摩尔每升(mol/L);

c ——澄清液的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

E ——碘吸附值, 单位为毫克每克(mg/g)。

D.6.2 澄清液浓度计算

澄清液浓度按式(D.2)计算:

$$c = \frac{c_2 V_2}{V} \quad \text{.....(D.2)}$$

式中:

c ——澄清液的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

c_2 ——硫代硫酸钠标准溶液浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——消耗硫代硫酸钠标准溶液体积, 单位为毫升(mL);

V ——澄清液体积, 单位为毫升(mL)。

活性炭纤维毡对任何吸附质的吸附能力与吸附质在溶液中的浓度有关, 为了获得剩余碘浓度 0.02 mol/L 时的碘吸附值, 澄清液浓度应在 0.008 mol/L~0.040 mol/L 范围内, 否则, 应调整试样质量 m 。

D.6.3 碘吸附值计算

D.6.3.1 吸附碘量按式(D.3)计算：

$$X = 126.90 \times V_1 c_1 - [(V_1 + V_3)/V] \times 126.00 \times c_2 V_2 \quad (\text{D.3})$$

式中：

X —— 吸附碘量，单位为毫克(mg)；

V_1 —— 加入的碘标准溶液体积，单位为毫升(mL)；

c_1 —— 碘标准溶液浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_3 —— 加入的盐酸体积，单位为摩尔每升(mol/L)；

V —— 澄清液体积，单位为毫升(mL)；

c_2 —— 硫代硫酸钠标准溶液浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_2 —— 消耗硫代硫酸钠标准溶液体积，单位为毫升(mL)。

D.6.3.2 碘吸附值按式(D.4)计算：

$$E = \frac{X}{m} \quad (\text{D.4})$$

式中：

E —— 碘吸附值，单位为毫克每克(mg/g)；

X —— 吸附碘量，单位为毫克(mg)；

m —— 试样使用剂量，单位为克(g)。

D.6.4 绘制吸附等温线

按三份试样的结果在对数坐标上绘出 E (纵坐标)对 c (横坐标)的直线。用最小二乘法计算三点与直线的拟合值。

$$\lg E = a \lg c + b \quad (\text{D.5})$$

式中：

E —— 碘吸附值，单位为毫克每克(mg/g)；

a —— 拟合直线斜率；

c —— 澄清液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

b —— 拟合直线截距。

D.6.5 结果取值

根据吸附等温线，取剩余碘浓度 $c=0.02$ mol/L 时的 E 值为最终碘吸附值。拟合的回归系数应大于 0.995，此时试验结果有效。

两份试样各测试一次，结果以算术平均值表示，精确至整数位。

附录 E (规范性附录)

E.1 原理

一定质量的试样经烘干，所含水分挥发，以失去水分的质量占原试样质量的质量分数表示含水率。

E.2 仪器和装置

- E.2.1 带盖称量瓶:磨口矮形。
 - E.2.2 干燥器:内装无水氯化钙或变色硅胶。
 - E.2.3 分析天平:感量 0.000 1 g。
 - E.2.4 电热恒温干燥箱:0 °C~300 °C。

E.3 测试步骤

- E.3.1 用预先烘干恒重的带盖称量瓶,称取试样约 1 g(精确至 0.000 1 g)。

E.3.2 将装有试样的称量瓶打开盖子,为防止试样飞散应增加有通气性能的金属网盖,置于温度调制(115 ± 5 °C)的电热恒温干燥箱内,干燥 3 h。

E.3.3 取出称量瓶,盖上盖子,放入干燥器内,冷却至室温后称量(精确至 0.000 1 g)。

E.3.4 以后每干燥 30 min,再称一次,直至质量变化不大于 0.001 g 为止,视为干燥质量。如质量增加,应取增量前一次的质量为准。

E.3.5 重复步骤 E.3.1~E.3.4,再做一份试样。

E.4 测试结果的处理

E.4.1 含水率

含水率按式(E.1)计算：

式中：

W ——含水率;

m_1 ——原试样加称量瓶的质量, 单位为克(g);

m_2 — 干燥试样加称量瓶的质量, 单位为克(g);

m ——称量瓶的质量,单位为克(g)。

E.4.2 绝对差值

两次含水率测试绝对差值不应大于 0.3%，超出应重新取样测试，含水率取平行样品测试值得算数平均值，计算结果按 GB/T 8170 修约后保留小数点后 1 位。

E.5 公定重量折算方法

式中：

M_G ——公定重量, 单位为千克(kg);

M_1 ——净重, 单位为千克(kg);

W —— 实际含水率;

W_G ——公定含水率, 活性炭纤维公定含水率为 15%。

附录 F
(规范性附录)
pH 值测试方法

F.1 原理

活性炭纤维毡在沸腾过的水(去离子水或蒸馏水)中煮沸,测其冷却滤液的 pH 值。

F.2 试剂和材料

F.2.1 二级水:煮沸 3 min~5 min。

F.2.2 定性滤纸:中等流速。

F.3 仪器、设备及装置

F.3.1 天平:感量 0.01 g。

F.3.2 加热板或电炉。

F.3.3 定时器或秒表。

F.3.4 pH 计:精度 0.1 pH

F.3.5 量筒:100 mL。

F.3.6 烧杯:200 mL。

F.3.7 三角漏斗。

F.3.8 锥形烧瓶:300 mL。

F.3.9 温度计:0 °C~100 °C。

F.3.10 回流冷凝管:直管式。

F.4 测试步骤

F.4.1 按附录 E 方法测试活性炭纤维毡的干燥减量,换算出相当于 0.5 g 干活性炭纤维毡的湿活性炭纤维毡的质量。

F.4.2 称取换算出的湿活性炭纤维毡质量的试样,放入锥形烧瓶中。

F.4.3 取煮沸过的蒸馏水 100 mL,加入烧瓶中浸泡试样。装上回流冷凝管,放在加热板上。

F.4.4 用加热板使水加热沸腾,保持沸腾(900±10)s。

F.4.5 取下烧瓶,对烧瓶中活性炭纤维进行过滤(滤纸和三角漏斗预先用蒸馏水浸润),滤液冷却至(50±5) °C。加水补足至 100 mL,搅拌均匀。

F.4.6 按 GB/T 9724 的方法用煮沸过的蒸馏水测试空白值,并调整 pH 值空白值为 7.0。

F.4.7 按 GB/T 9724 的方法测试 pH 值。

F.4.8 重复步骤 D.4.1~D.4.7,再做一份试样。

5.5 测量结果处理

5.5.1 样品可直接称重的准确度要求。

5.5.2 破碎样品称重时，破碎后的样品质量应大于或等于破碎前样品质量的95%，计算结果取两位有效数字。

附录 G (规范性附录) 灰分测试方法

G.1 原理

一定质量的试样经灼烧，所得残渣占原试样质量分数作为灰分的质量含量。

G.2 仪器和设备

- G.2.1 天平:感量 0.000 1 g。
 G.2.2 电热恒温干燥箱:0 ℃~300 ℃。
 G.2.3 干燥器:内装无水氯化钙或变色硅胶。
 G.2.4 瓷坩埚:无釉面,高型,约 30 mL。
 G.2.5 电炉:800 ℃~900 ℃。

G.3 测试步骤

- G.3.1** 将瓷坩埚置于电炉中，在 $(800 \pm 25)^\circ\text{C}$ 下灼烧约1 h，取出后放进干燥器内，冷却至室温(约30 min)，称量精确至0.000 1 g，重复灼烧至恒重。

G.3.2 称取试样约1 g，在 $(115 \pm 5)^\circ\text{C}$ 电热恒温干燥箱中进行3 h干燥，取出后放进干燥器内，冷却至室温称重(精确至0.000 1 g)。

G.3.3 将干燥冷却后的试样放入灼烧过的瓷坩埚内，装入电炉中缓慢加热，逐步提高温度直到灰化，然后在 $800^\circ\text{C} \sim 900^\circ\text{C}$ 下灼烧灰化。

G.3.4 将瓷坩埚置于干燥器内，冷却至室温(约30 min)。然后迅速称量，精确至0.000 1 g。

G.3.5 以后每灼烧30 min称量一次，直至质量变化不超过0.001 0 g为止。

G.3.6 同时作平行试验。

G.4 结果计算

按式(G.1)计算灰分的质量分数:

式中：

X ——灰分质量分数;

m_2 ——灰分和坩埚的质量, 单位为克(g);

m_1 ——坩埚质量,单位为克(g);

m ——试样质量, 单位为克(g)。

取两次平行测定的计算平均值为测定结果,两次测定的绝对差值不超过 0.5%。

江苏省地方标准
活性炭纤维通用技术要求与测试方法

DB32/T 2770—2015

*

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 1.75 字数 44 千字
2015年12月第一版 2015年12月第一次印刷

*

书号: 155066·5-0237 定价 27.00 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



DB32/T 2770-2015