

中华人民共和国国家标准

木质活性炭检验方法 铁含量

GB/T 12496.8-90

Test methods of wooden activated carbon
Iron content

1 主题内容和适用范围

本标准规定了铁含量的检验方法。

本标准适用于各类活性炭。

2 方法提要

用盐酸溶液作用,以萃取试样中的铁,用盐酸羟胺还原三价铁,采用邻菲罗啉做显色剂,用比色法测定铁含量。

3 试剂和溶液

3.1 盐酸(GB 622),分析纯。

3.2 乙酸钠(GB 693),分析纯。

3.3 氯化羟胺(GB 6685),分析纯。

3.4 邻菲罗啉(GB 1293),分析纯。

3.5 硫酸亚铁铵 $[\text{FeSO}_4(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ (GB 661),分析纯。

3.6 冰乙酸(GB 676),分析纯。

3.7 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,pH4.5。

称取 16.4 g 乙酸钠,加 8.4 mL 冰乙酸,加水溶解后稀释至 100 mL。

3.8 1% (m/V) 氯化羟胺水溶液。

称取 1 g 氯化羟胺溶于 100 mL 水中。

3.9 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH3)

取 160 mL “1+173”乙酸与 10 mL 1.36% (m/V) 乙酸钠相混合。

3.10 0.5% (m/V) 邻菲罗啉溶液。

称取 0.50 g 邻菲罗啉,溶于乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH3)中,并用此溶液稀释至 100 mL。

3.11 铁标准溶液(1 mL=0.01 mg 铁)

称取 0.702 g 硫酸亚铁铵,溶于含有 0.5 mL 硫酸的少量水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至标线。从中取 100 mL 移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至标线。

4 仪器

4.1 电热恒温干燥箱。

4.2 分光光度计。

5 操作步骤

5.1 一般方法 目视比色法

称取经粉碎至 200 目(0.071 mm)的干燥试样 1 g(称准至 0.01 g)移入 100 mL 锥形瓶中。加“1+9”盐酸 25 mL,缓和煮沸 5 min,稍冷却过滤于 100 mL 容量瓶中,并用热水分次洗涤滤渣,滤液冷却到室温,稀释至标线。取滤液 10 mL 入 50 mL 比色管中依次加入乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH4.5)5 mL,1%氯化羟胺溶液 2.5 mL,0.5%邻菲罗啉 1 mL,加水至标线,摇匀,放置 10 min 呈颜色反应,与标准溶液所呈颜色比较。

标准溶液是吸取铁标准溶液若干毫升,与实验溶液同时同样处理。

5.2 仲裁方法 光电比色法

称取经粉碎至 200 目(0.071 mm)的干燥试样 1 g(称准至 0.01 g)移入 100 mL 锥形瓶中,加“1+9”盐酸 25 mL,缓和煮沸 5 min,稍冷过滤于 100 mL 容量瓶中,并用热水分次洗涤滤渣,滤液和洗液合并,冷却到室温,稀释至标线。取滤液 10 mL 入 50 mL 容量瓶中,依次加乙酸-乙酸钠溶液(pH4.5)5 mL,1%氯化羟胺溶液 2.5 mL,0.5%邻菲罗啉溶液 1 mL,稀释至标线。摇匀放置 10 min 呈颜色反应,用分光光度计在波长 510 nm 光径 10 mm 下测其吸光度。

标准曲线的绘制

分别吸取铁标准溶液,0,1.0,2.0,3.0,4.0,5.0,6.0,7.0 mL 于八只 50 mL 容量瓶中,依次加入乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH4.5)5 mL,1%氯化羟胺溶液 2.5 mL,0.5%邻菲罗啉 1 mL,用水稀释至标线,摇匀,放置 10 min 呈颜色反应,然后用分光光度计在波长 510 nm,光径 10 mm 下测吸光度。以不加铁的试剂溶液做参比。

以铁标准溶液的使用量(mL)作横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

6 结果计算

从标准曲线上查出与测得的吸光度相对应的铁标准溶液用量(mL)按下式计算。

$$X = \frac{n}{100 m}$$

式中: X —— 试样中铁的百分含量, %;

n —— 由试样的吸光度值查得铁标准溶液毫升数, mL;

m —— 试样质量, g。

两个平行试样测定结果误差不大于 0.002%。

附加说明:

本标准由中华人民共和国林业部提出。

本标准由中国林业科学研究院林产化学工业研究所负责起草。

本标准主要起草人朱水兰、吴秀娟、陈君珍、杨德琴。