

## 中华人民共和国国家标准

GB/T 7702.20—2025 代替 GB/T 7702.20—2008

# 煤质颗粒活性炭试验方法 第 20 部分:孔容积和比表面积的测定

Test method for granular activated carbon from coal— Part 20: Determination of pore volume and specific surface area

2025-08-01 发布 2025-11-01 实施



## 目 次

前	言		I
引	i	······································	Ţ
1	范	围	1
2	规	l范性引用文件 ······	1
3	术	语和定义	1
4	测	定原理	3
5	试	剂和材料	3
6	仪	器和设备	4
7	试	样制备及脱气处理	5
8	测	定步骤	5
9	结	果处理	6
10	Ž	则定结果精密度	8
11	Ţ	质量控制	8
12	ì	式验报告	8
附卡	<b>₹</b>	A (资料性) 微孔, 中孔, 大孔, 容积计算 ····································	C



#### 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分:标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 7702《煤质颗粒活性炭试验方法》的第 20 部分, GB/T 7702 已经发布了以下部分:

- ——第1部分:水分的测定;
- ---第2部分:粒度的测定;
- ---第3部分:强度的测定;
- ---第4部分:装填密度的测定;
- ---第5部分:水容量的测定;
- ——第6部分:亚甲蓝吸附值的测定;
- ——第7部分:碘吸附值的测定;
- ——第8部分:苯酚吸附值的测定;
- ——第9部分:着火点的测定;
- ——第 10 部分:苯蒸气 氯乙烷蒸气防护时间的测定;
- ---第 13 部分:四氯化碳吸附率的测定;
- ---第 14 部分:硫容量的测定;
- ——第 15 部分:灰分的测定;
- ---- 第 16 部分:pH 值的测定;
- ---第17部分:漂浮率的测定;
- ——第 18 部分:焦糖脱色率的测定;
- ——第 19 部分:四氯化碳脱附率的测定;
- 一一第20部分:孔容积和比表面积的测定。

本文件代替 GB/T 7702.20—2008《煤质颗粒活性炭试验方法 孔容积和比表面积的测定》,与 GB/T 7702.20—2008 相比,除结构调整与编辑性改动外,主要技术变化如下:

- a) 更改了部分术语和定义(见第3章,2008年版的第3章);
- b) 删除了原溶剂油法测试样品的真密度,增加了气体膨胀法测试试样的真密度(见 2008 版 8.1);
- c) 增加了试样脱气处理的要求(见 7.2);
- d) 增加了比表面数据处理要求(见 9.2.3);
- e) 增加了质量控制(见第 11 章)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国煤炭工业协会提出。



本文件由全国煤炭标准化技术委员会(SAC/TC 42)归口。

本文件起草单位:山西新华防化装备研究院有限公司、中国兵器工业标准化研究所、煤炭科学技术研究院有限公司。

本文件主要起草人:郭晶晶、周晓东、尉伟华、丁华、武琳琳、宋秀峰、王娜、温维丽、牛瑞红、王辉、 胡岚、温宇慧、郭军军、胡玉良、梁亚玲、宋振超、徐玲、黄济民、邢浩洋、吉鑫鹏、李显富、杨景、田鑫。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为:

- ——1987 年首次发布为 GB/T 7702.20—1987,1997 年第一次修订;
- ——2008 年第二次修订时,并入了 GB/T 7702.21—1997《煤质颗粒活性炭试验方法比表面积的测定》的内容(GB/T 7702.21—1997 的历次版本发布情况为: GB/T 7702.21—1987);
- ——本次为第三次修订。

540

#### 引 言

GB/T 7702.7 主要涉及煤质颗粒活性炭碘吸附值的测定。GB/T 7702.7 旨在提高分析的准确度,缩短分析周期,GB/T 7702 拟由 20 个部分构成。

- ——第1部分:水分的测定。目的在于评价活性炭含水程度,为后续客户使用提供依据。
- ——第2部分: 粒度的测定。目的在于评价活性炭粒度分布状况。
- ——第3部分:强度的测定。目的在于评价活性炭在一定条件下的耐磨程度。
- ——第4部分:装填密度的测定。目的在于评估活性炭的堆积重量,可为用户提供活性炭单位体积的质量,为用户在使用过程中提供设计依据的装填体积。
- ——第5部分:水容量的测定。目的在于评估活性炭的总孔容积,是活性炭生产过程中快速检测的 一种实用方法。
- ——第6部分:亚甲蓝吸附值的测定。目的在于评价活性炭次微孔的吸附能力,是活性炭液相脱色能力的一种主要表征方法,活性炭用于液相吸附时常用其评价。
- ——第7部分: 碘吸附值的测定。目的在于评价活性炭的微孔吸附能力,是活性炭气相吸附能力的 一种主要表征方法,活性炭用于气相吸附时常用其评价。
- ——第8部分:苯酚吸附值的测定。目的在于评价活性炭对烷烃的吸附能力。
- ——第9部分:着火点的测定。目的在于为评价活性炭的着火点,为用户使用时提供设计依据。
- ——第 10 部分:苯蒸气 氯乙烷蒸气防护时间的测定。目的在于评价活性炭的防护性能。
- ——第 13 部分:四氯化碳吸附率的测定。目的在于评价活性炭对挥发性有机物的饱和吸附量,主要用于活性炭气相吸附时使用,一般 VOC 吸附时使用比较多。
- ——第 14 部分: 硫容量的测定。目的在于评价活性炭的静态硫的吸附能力, 主要用于原料气脱硫能力的表征。
- ——第 15 部分:灰分的测定。目的在于评价活性炭中除碳元素以外其他元素氧化物的氧化程度。
- ——第 16 部分:pH 值的测定。目的在于评估活性炭浸入水后,溶液的酸碱程度。
- ——第 17 部分: 漂浮率的测定。目的在于评估活性炭漂浮率, 是活性炭在水中表面浮灰及鼓泡物料的含量总和。
- ——第 18 部分: 焦糖脱色率的测定。目的在于评价活性炭中大孔的脱色能力,主要用于液相有机大分子吸附时能力的表征。
- ——第19部分:四氯化碳脱附率的测定。目的在于评价活性炭对有机物的脱出能力。
- ——第20部分:孔容积和比表面积的测定。目的在于评估活性炭的孔隙分布情况和吸附能力。
- ——第 21 部分:液相动态吸附能力的测定。目的在于评价活性炭动态脱除水中可溶污染物吸附能力。
- ——第 22 部分:液相静态吸附能力的测定。目的在于评价活性炭静态脱除水中可溶污染物吸附能力。

### 煤质颗粒活性炭试验方法 第 20 部分:孔容积和比表面积的测定

#### 1 范围

本文件规定了煤质颗粒活性炭孔容积、比表面积的术语和定义、测定原理、试剂和材料、仪器和设备、试样制备及脱气处理、测定步骤、结果处理、测定结果精密度、质量控制、试验报告等。

本文件适用于煤质颗粒活性炭孔容积、比表面积的测定,其他原料制备的活性炭孔容积、比表面积的测定参照使用。

#### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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

GB/T 19587-2017 气体吸附 BET 法测定固态物质比表面积

HG/T 3471 化学试剂 汞

#### 3 术语和定义

GB/T 19587-2017 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

#### 吸附 adsorption

被吸附气体在固体材料外表面和可到达的内表面上的富集。

「来源:GB/T 19587—2017,3.1]

3.2

#### 吸附剂 adsorbent

发生吸附作用的固体材料。

「来源: GB/T 19587—2017,3.5]

3.3

#### 吸附质 adsorbate

被吸附的气体。

[来源:GB/T 19587—2017,3.3]

3.4

#### 平衡吸附 equilibrium adsorption

单位时间内离开吸附剂表面的吸附质分子数等于被吸附的吸附质分子数,而吸附态的分子总数始终保持不变。

3.5

#### 吸附物质 adsorptive

可被吸附的气体或蒸气。

「来源:GB/T 19587—2017,3.4]

3.6

#### 平衡吸附压力 equilibrium adsorption pressure

吸附物质与吸附质的平衡压力。

[来源:GB/T 19587—2017,3.17]

3.7

#### 饱和蒸气压 saturation vapour pressure

吸附温度下,吸附质大量液化时的蒸气压。

[来源:GB/T 19587—2017,3.18]

3.8

#### 相对压力 relative pressure

平衡压力(p)与饱和蒸气压(p<sub>0</sub>)的比值。

「来源:GB/T 19587—2017,3.16]

3.9

#### 吸附量 adsorbed amount

在给定压力(p)和温度(T)下吸附剂的吸附容量。

3.10

#### 平衡吸附量 equilibrium adsorptive capacity

平衡吸附时一定平衡条件下的吸附容量。

3.11

#### 单分子层吸附量 monolayer adsorption amount

吸附质分子在吸附剂表面吸附形成一层分子层的吸附量。

3.12

#### 滞后圈 hysteresis loop

吸附等温线与解吸(脱附)等温线不重合而形成的回线。

3.13

#### 解吸 desorption

脱附

物理吸附达到平衡后,平衡条件改变而使吸附质脱离吸附剂的现象。

3.14

#### 吸附等温线 adsorption isothem

在恒温条件下,达到平衡吸附时平衡压力或相对压力与对应的吸附量的关系曲线。

3.15

#### 比表面积 specific surface area

单位质量吸附剂的总表面积。

[来源:GB/T 19587—2017,3.11]

3.16

#### 孔容积 total pore volume of pores

吸附剂中微孔、中孔和大孔的容积之和。

3.17

#### 大孔容积 porevolume of macropores

吸附剂中孔隙直径大于 50 nm 的孔所占的体积。

3.18

#### 中孔容积 pore volume of mesopores

吸附剂中孔隙直径介于 2 nm~50 nm 之间孔所占的体积。

3.19

#### 微孔容积 pore volume of micropores

吸附剂中孔隙直径小于 2 nm 的孔所占的体积。

3.20

#### 真密度 real density

#### 绝对密度

不含孔隙容积和颗粒间空隙容积的单位体积吸附剂颗粒的质量。

3.21

#### 颗粒密度 particle density

#### 表观密度

包含孔隙容积而不包含颗粒之间空隙容积的单位体积吸附剂颗粒的质量。

#### 4 测定原理

#### 4.1 孔容积的测定原理

利用氦气作为介质,通过测量测试腔内样品排除气体体积,测量试样的真密度。采用置换法,利用 汞作为介质,通过测量汞的损失体积,测量试样的颗粒密度。通过真密度、颗粒密度来计算其孔容积。

#### 4.2 比表面积的测定原理

对经预处理的活性炭试样,在液氮温度下吸附氮气,当吸附达到平衡时,测量平衡吸附压力和平衡吸附量,完成一个点测量后,重复上述过程,获得平衡压力由低到高直到饱和蒸气压的各点吸附量;以吸附量为纵坐标,相对压力为横坐标作图,即得到液氮温度下的吸附等温线。把吸附等温线数据,按BET方程式(二常数公式),求出试样单分子层吸附量,根据吸附质分子截面积,即可计算出活性炭试样的比表面积。继续测定解吸等温线,在相同的平衡压力下吸附过程与解吸过程中的吸附量不同,反映在等温线上,吸附和解吸线在一定的区域内构成一个环状线,该环状线称为"滞后圈",从低压开始出现的分离点称为滞后圈起点,在 $p/p_0$ 接近 1.0 时吸附和解吸线闭合,该点称为滞后圈的终点,利用滞后圈起点与终点吸附量计算微孔体积、中孔体积和大孔体积的方法见附录 A。

#### 5 试剂和材料

- 5.1 水,GB/T 6682,三级水。
- 5.2 汞, HG/T 3471, 分析纯。
- 5.3 氮气,纯度 99.99%。
- 5.4 氦气,纯度 99.999%。
- 5.5 液氮,纯度 99.99%。
- 5.6 变色硅胶,工业品。

- 6 仪器和设备
- 6.1 电热恒温干燥箱

室温~300 ℃,精度±3 ℃。

6.2 分析天平

分度值 0.000 1 g。

6.3 干燥器

内装变色硅胶(5.6)。

6.4 静态吸附分析仪

比表面积测量范围优于 0.01 m²/g。

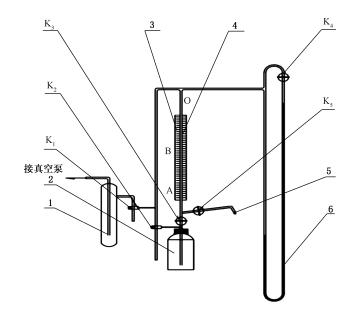
6.5 真密度分析仪

分辨力 0.000 1 g/cm³。

6.6 颗粒密度测定装置

颗粒密度测定装置见图 1,由图中部件组成。

5/1C



#### 标引序号说明:

- 1 ——缓冲瓶; 2 ——500 mL 贮汞瓶; 3 ——标尺; 4 ——量管; 5 ——5 mL 试样管; 6 ——U形压力计;
- K<sub>1</sub>、K<sub>2</sub>
   ——三通活塞;

   K<sub>3</sub>、K<sub>4</sub>、K<sub>5</sub>
   ——两通活塞。

#### 图 1 颗粒密度测定装置示意图。

- 6.6.1 量管,粗细均匀的玻璃管(L>900 mm),在其上端刻一标线 O。
- 6.6.2 标尺,精度为1 mm。

#### 7 试样制备及脱气处理

#### 7.1 试样制备

比表面积测试时,对于粒径大于 5 mm 的试样,需适当破碎至能放入样品管中即可。若试样比表面积相对较小,可通过在样品管中加入填充棒来减小死体积。

将制备好的试样置于 150 ℃±5 ℃的电热恒温干燥箱中干燥 2 h,取出放入干燥器中冷却备用。

#### 7.2 试样脱气处理

煤质颗粒活性炭建议脱气温度为 250  $\mathbb{C}$  ~300  $\mathbb{C}$  ,脱气时间不少于 6 h。

#### 8 测定步骤

#### 8.1 真密度

8.1.1 根据样品分析量选定样品池,加入试样至样品池 2/3 体积,称取试样质量,精确至 0.001 g。

- 8.1.2 将样品池连同样品置人真密度分析仪中,并将样品的质量输入到真密度分析仪中。
- 8.1.3 选择脱气方法进行脱气:采用脉冲吹扫脱气、原位真空脱气或流动吹扫脱气等脱气方法。
- 8.1.4 通入氦气(5.4)直接测量试样体积。
- 8.1.5 读取真密度仪上的真密度值  $d_1$ 。

#### 8.2 颗粒密度

- 8.2.1 接通  $K_1$ 、 $K_5$ ,启动真空泵,对系统抽真空 5 min。
- **8.2.2** 关闭  $K_5$ , 打开  $K_3$ , 通过  $K_2$  放入空气, 使汞(5.2) 液面上升至量管上的标线 O 处。
- 8.2.3 关闭 K<sub>3</sub>,接通 K<sub>5</sub>,使汞(5.2)充满试样管。
- 8.2.4 停泵,将 K<sub>1</sub> 与大气连通。
- 8.2.5 记录量管内汞(5.2)液面高度  $H_A$ 。
- 8.2.6 将  $K_1$  与真空泵连通,开动真空泵,接通  $K_2$ ,对贮汞(5.2)瓶抽真空,关闭  $K_2$ 。打开  $K_3$ 、 $K_5$ ,使量管及试样管内的汞(5.2)流回贮汞瓶,当汞(5.2)下降到接近  $K_3$  时停泵,使  $K_1$  与大气连通。
- 8.2.7 取干燥冷却后的试样 5 mL 左右,在分析天平上称量试样质量 m (精确至 0.000 1 g),放入试样管中,然后按 8.2.1 和 8.2.2 的操作步骤使汞(5.2)升至量管 O 点。关闭  $K_3$ ,打开  $K_5$ ,使汞(5.2)充满试样管中的剩余空间。停泵,将  $K_1$  连通大气,这时记录量管内汞(5.2)面高度  $H_B$ 。
- 8.2.8 按 8.2.6 操作步骤使汞(5.2)流回贮汞瓶内。

#### 8.3 吸附等温线的测定步骤

- 8.3.1 开启静态吸附分析仪。
- 8.3.2 打开操作程序,建立样品信息文件。
- 8.3.3 称量空试样管组件的质量,精确至 0.000 1 g。
- 8.3.4 将 0.05 g~0.5 g 试样装入试样管中。
- 8.3.5 将试样管组件安装在脱气口上开始脱气。
- 8.3.6 脱气完成后,称量试样管组件及试样的质量,精确至 0.000 1 g。
- 8.3.7 计算样品质量,精确至 0.000 1 g。
- 8.3.8 将脱气后的试样管安装到分析口,并将装有液氮(5.5)的液氮冷阱安装在全自动吸附仪上,在液氮温度下进行吸附等温线测试。
- 8.3.9 试验完毕,关闭静态吸附分析仪系统,卸下试样管组件。

#### 9 结果处理

#### 9.1 孔容积

#### 9.1.1 真密度

真密度以 $d_1$ 计,数值以克每立方厘米( $g/cm^3$ )表示,读取真密度仪上数据,精确至百分位。

#### 9.1.2 颗粒密度

颗粒密度按式(1)计算:

$$d_2 = \frac{m}{S(H_R - H_A)}$$
 .....(1)

式中:

 $d_2$  ——颗粒密度,单位为克每立方厘米(g/cm<sup>3</sup>);

*m* ——试样质量,单位为克(g);

S ——量管横截面积,单位为平方厘米 $(cm^2)$ ;

H<sub>B</sub>、H<sub>A</sub>——量管内汞面高度,单位为厘米(cm)。

#### 9.1.3 孔容积计算

孔容积按式(2)计算:

$$V_{t} = \frac{1}{d_{2}} - \frac{1}{d_{1}}$$
 ...... (2)

式中:

 $V_t$ ——孔容积,单位为立方厘米每克(cm³/g);

 $d_2$ ——颗粒密度,单位为克每立方厘米(g/cm<sup>3</sup>);

d<sub>1</sub>——真密度,单位为克每立方厘米(g/cm<sup>3</sup>)。

#### 9.2 比表面积

#### 9.2.1 绘制吸附等温线

以平衡压力时 1 g 活性炭所吸附的氮气体积值为纵坐标,相对压力为横坐标作图,即得该活性炭试样的吸附等温线。

#### 9.2.2 单分子层吸附量

根据 BET 方程二常数公式,单分子层吸附量按式(3)计算:

$$\frac{p}{V_{a}(p_{0}-p)} = \frac{1}{V_{m}C} + \frac{C-1}{V_{m}C} \times \frac{p}{p_{0}} \qquad \cdots (3)$$

式中:

p ——吸附平衡压力,单位为帕(Pa);

V。 ——平衡压力下,试样所吸附氮气体积,单位为立方厘米(cm³);

 $p_{\circ}$  ——液氮温度下,被吸附气体饱和压力,单位为帕(Pa);

 $V_{\text{m}}$  ——单分子层吸附量,单位为立方厘米每克 $(\text{cm}^3/\text{g});$ 

C ----与吸附热有关的常数;

 $\frac{p}{p_0}$  ——吸附质相对压力。

含微孔的煤质颗粒活性炭,BET 线性范围移向较低的相对压力,即相对压力  $0.01\sim0.35$  范围时,应用 BET 方程可以获得一个正的常数 C 的线性图,对式(3)进行线性回归,可得到斜率 a 和截距 b,单分子层吸附量  $V_{m}$ ,数值以立方厘米每克(cm³/g)表示,按式(4)计算:

$$V_{\text{m}} = \frac{1}{a+b} \qquad \cdots \qquad (4)$$

式中:

a ——式(3)线性回归斜率,单位为克每立方厘米(g/cm³);

b ——式(3)线性回归截距,单位为克每立方厘米(g/cm³)。

#### 9.2.3 比表面积计算

比表面积按式(5)计算:

$$S = 4.353 V_{\text{m}}$$
 ...... (5)

式中:

S ——比表面积,单位为平方米每克 $(m^2/g)$ ;

4.353 ——换算系数,单位为平方米每立方厘米(m²/cm³);

 $V_{\rm m}$  ——单分子层吸附量,单位为立方厘米每克(cm<sup>3</sup>/g)。

根据比表面积确定适宜相对压强范围,比表面积计算的取点范围在  $n(1-p/p_0)$  随着  $p/p_0$  增大的范围,在该范围内取能做出直线关系的 3 个及以上数据点,所选点数应满足 C 值为正且相关系数大于  $0.999_0$ 

#### 10 测定结果精密度

煤质颗粒活性炭孔容积和比表面积测定的精密度应符合表 1 规定。

表 1 煤质颗粒活性炭孔容积和比表面积测定的精密度

测试项目	重复性限	再现性限
孔容积	6%	8%
比表面积	10%	15%

煤质颗粒活性炭孔容积测定时,每个样品测定两个数值,同一实验室间两个测定结果的差值不应大于平均值的6%,取两个数值的平均值作为测定结果;不同实验室间的结果差值不应大于平均值的8%。

煤质颗粒活性炭比表面积测定时,每个样品测定两个数值,同一实验室间两个测定结果的差值不应大于平均值的 10%,取两个数值的平均值作为测定结果;不同实验室间的结果差值不应大于平均值的 15%。

#### 11 质量控制

为保证数据的可靠性,仪器应定期用有证标准物质进行质量控制。

#### 12 试验报告

试验报告应包括不限于以下几个方面的内容:

- a) 试样编号:
- b) 本文件编号;
- c) 使用的方法;
- d) 试验项目;
- e) 试验结果;
- f) 试验人员;
- g) 试验日期。

# 附 录 A (资料性) 微孔、中孔、大孔容积计算

#### A.1 测定原理

根据吸附等温线滞后圈起点在纵坐标上对应的吸附量换算成液态体积为微孔容积,滞后圈终点的吸附量减去滞后圈起点的吸附量换算成液态体积为中孔容积,孔容积减去吸附等温线滞后圈终点对应的吸附量换算成的液态体积,即为大孔容积。

#### A.2 测定步骤

测定步骤按8.3进行。

#### A.3 计算

#### A.3.1 微孔容积

微孔容积按式(A.1)计算:

式中:

 $V_{\text{mi}}$  ——微孔容积,单位为立方厘米每克(cm $^3$ /g);

0.001 55 ——换算系数,1 cm3 的标准状态下的氮气在液态时的体积;

a<sub>mi</sub> ——滯后圈起点对应吸附量,单位为立方厘米每克(cm³/g)。

#### A.3.2 中孔容积

中孔容积按式(A.2)计算:

$$V_{\text{me}} = 0.001 \ 55(a_{\text{t}} - a_{\text{mi}})$$
 ..... (A.2)

式中:

 $V_{\text{me}}$  ——中孔容积,单位为立方厘米每克(cm<sup>3</sup>/g);

0.001 55 ——换算系数,1 cm³的标准状态下的氮气在液态时的体积;

 $a_t$  ——滯后圈终点对应吸附量的数值,单位为立方厘米每克 $(cm^3/g)$ ;

 $a_{mi}$  ——滯后圈起点对应吸附量的数值,单位为立方厘米每克 $(cm^3/g)$ 。

#### A.3.3 大孔容积

大孔容积以按式(A.3)计算:

式中:

 $V_{\text{ma}}$  ——大孔容积,单位为立方厘米每克(cm<sup>3</sup>/g);

0.001 55 ——换算系数,1 cm³的标准状态下的氮气在液态时的体积;

 $V_{t}$  ——孔容积,单位为立方厘米每克(cm<sup>3</sup>/g);

a, ——滞后圈终点对应吸附量,单位为立方厘米每克(cm³/g)。

**5**/1C

9



