
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ

(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Й
С Т А Н Д А Р Т

ГОСТ
33582—
2015

УГОЛЬ АКТИВИРОВАННЫЙ
Стандартный метод определения
рабочей емкости по бутану

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2019

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены».

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации материалов и технологий» (ФГУП «ВНИИ СМТ») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол 27 октября 2015 г. № 81-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17 марта 2016 г. № 151-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33582—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 апреля 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 5228—92 (Reapproved 2010) «Стандартный метод определения рабочей емкости по бутану активированного угля» («Standard Test Method for Determination of Butane Working Capacity of Activated Carbon», IDT).

Стандарт разработан Комитетом ASTM D28 «Активированный уголь», и непосредственную ответственность за разработку метода несет Подкомитет D28.04 «Методы анализа газовой фазы».

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2016, 2019



В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

УГОЛЬ АКТИВИРОВАННЫЙ**Стандартный метод определения рабочей емкости по бутану**

Activated carbon. Standard test method for determination of butane working capacity

Дата введения — 2017—04—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения рабочей емкости по бутану свежего активированного угля (BWC — butane working capacity). Параметр BWC определяют как разность между количеством бутана на единицу объема активированного угля в состоянии насыщения и после очистки в стандартных условиях. Настоящий метод позволяет также получить значение активности по бутану, которую определяют как общее количество бутана, адсорбированного пробой активированного угля, и выражают в виде массы бутана на единицу массы или объема активированного угля.

1.2 В настоящем стандарте все единицы измерения приведены в системе СИ. Никакие другие единицы измерений в настоящий стандарт не включены.

1.3 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его использованием. Пользователь стандарта несет ответственность за обеспечение соответствующих мер безопасности и охраны здоровья и определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием. Меры предосторожности приведены в 7.1.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения).

2.1 Стандарты ASTM¹⁾

ASTM D 2652, Terminology Relating to Activated Carbon (Терминология, относящаяся к активированному углю)

ASTM D 2854, Test Method for Apparent Density of Activated Carbon (Метод определения кажущейся плотности активированного угля)

ASTM D 2867, Test Methods for Moisture in Activated Carbon (Методы определения влаги в активированном угле)

ASTM D 3195, Practice for Rotameter Calibration (Практика по градуировке ротаметров)

ASTM E 177, Practice for Use of the Terms Precision and Bias in ASTM Test Methods (Практика использования понятий прецизионности и систематической погрешности в стандартах ASTM на методы испытаний)

ASTM E 300, Practice for Sampling Industrial Chemicals (Практика отбора проб промышленных химических продуктов)

ASTM E 691, Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method (Практика проведения межлабораторных испытаний с целью установления прецизионности метода испытаний)

¹⁾ Уточнить ссылки на стандарты ASTM можно на сайте ASTM: www.astm.org или в службе поддержки клиентов ASTM: service@astm.org. В информационном томе ежегодного сборника стандартов (Annual Book of ASTM Standards) следует обращаться к сводке стандартов ежегодного сборника стандартов на странице сайта.

3 Термины и определения

3.1 В настоящем стандарте применены термины по ASTM D 2652.

4 Сущность метода

4.1 Слой активированного угля известного объема и массы насыщают парами бутана. Рассчитывают массу адсорбированного бутана в насыщенной пробе активированного угля. Затем активированный уголь продувают при определенных условиях сухим воздухом, не содержащим углеводородов. Исходя из потери массы трубы с активированным углем при продувке воздухом, вычисляют показатель BWC как массу бутана, адсорбированного единицей объема активированного угля.

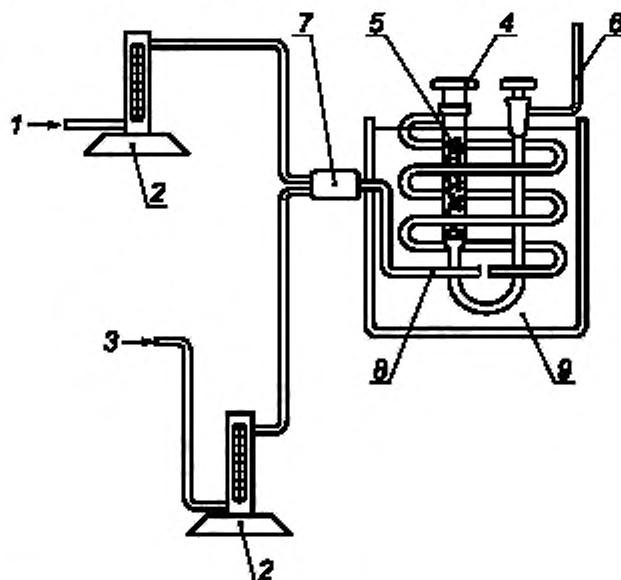
5 Назначение и применение

5.1 Рабочая емкость по бутану (BWC), определяемая настоящим методом, характеризует способность активированного угля адсорбировать бутан и десорбировать его в сухом воздухе при определенных условиях. Данный показатель используют для оценки и контроля качества гранулированных активированных углей, используемых в случаях, когда адсорбция бутана и его десорбция с помощью сухого воздуха представляют интерес. Показатель BWC в определенной степени характеризует эффективность активированных углей по отношению к другим адсорбатам.

5.2 В условиях настоящего испытания может быть также определена адсорбционная активность и удерживающая способность пробы активированного угля по бутану. Активность по бутану характеризует объем микропор пробы активированного угля. Способность удерживать бутан характеризует структуру пор пробы активированного угля.

6 Аппаратура

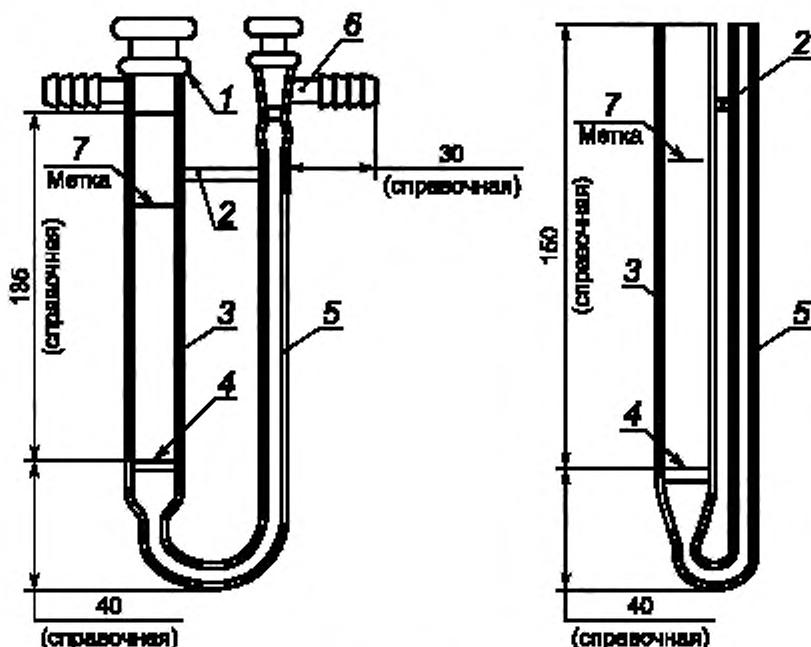
6.1 Водяная баня, в которой поддерживается температура $(25,0 \pm 0,2)^\circ\text{C}$. Глубина бани должна быть такой, чтобы при помещении в нее трубы с пробой активированного угля слой угля был полностью погружен в воду. Змеевик из медной трубы наружным диаметром 6 мм и длиной погруженной в водяную баню части 1,9 м (рисунок 1) обеспечивает нагрев до необходимой температуры газа, проходящего по змеевику.



1 — н-бутан; 2 — расходомер; 3 — сухой воздух без органических примесей; 4 — трубка для пробы; 5 — активированный уголь; 6 — к вытяжной вентиляции; 7 — двухходовой кран; 8 — змеевик для нагрева газа длиной 1,9 м; 9 — водяная баня

Рисунок 1 — Схема установки для определения рабочей емкости по бутану

6.2 Трубка для пробы активированного угля, показанная на рисунке 2. Для поддержки слоя активированного угля в трубку предпочтительней помещать стеклянную пластину с отверстиями, а не фриттованный диск, поскольку фриттованные диски могут сильно изменяться под воздействием перепада давления.



1 — полая стеклянная пробка со шлифом 14/20 средней длины (например, адсорбционная трубка Шварца, по Kontes каталогу номер K-89100 или аналогичная); 2 — укрепляющий стержень толщиной 5 мм; 3 — трубка наружным диаметром 17 мм и толщиной стенки 1,2 мм; 4 — перфорированный фарфоровый диск или необработанный фриттованный диск, или аналогичный; 5 — трубка наружным диаметром 10 мм и толщиной стенки 1,0 мм; 6 — запорный кран, перекрывающий поток при повороте под прямым углом (например, по Kontes каталогу номер K-84700, размер 4, наружный диаметр трубы 10 мм или аналогичный) и соединительный шланг с зубчатой поверхностью (например, по Kontes каталогу номер K-89340, размер В или эквивалентный); 7 — метка, соответствующая объему 16,7 см³ над пластиной, служащей опорой для адсорбента

Рисунок 2 — Трубка для активированного угля, используемая при определении рабочей емкости по бутану

6.3 Расходомеры (два), один из которых предназначен для измерения потока воздуха в интервале от 0 до 500 см³/мин, а второй — для измерения потока бутана в интервале от 0 до 500 см³/мин. Оба расходомера градуируют в соответствии с ASTM D 3195.

6.4 Весы с пределом допускаемой погрешности взвешивания ± 0,01 г.

6.5 Устройство для заполнения трубы активированным углем.

Предпочтительней использовать вибрационное устройство, описанное в ASTM D 2854, рисунки 1—4.

6.6 Бюretка класса А вместимостью 25 см³.

6.7 Установка для испытания в сборе схематично изображена на рисунке 1.

7 Реактивы

7.1 n-Бутан химически чистый.

Предупреждение — Бутан — легковоспламеняющийся газ с температурой плавления минус 138 °С и температурой кипения минус 0,5 °С. Относительная плотность бутана по воздуху — 2,046. В высоких концентрациях бутан обладает наркотическими свойствами, его относят к категории простых

токсических удушающих веществ. Если нельзя разместить под колпаком вытяжной вентиляции всю установку целиком, то газ, выходящий из трубы с активированным углем, должен поступать в вытяжной шкаф.

7.2 Сухой воздух, не содержащий органических примесей, точка росы — не более минус 32 °С.

8 Подготовка пробы

8.1 Подготовку проб активированного угля проводят по ASTM E 300.

9 Градуировка трубы для пробы

9.1 Трубку моют так, чтобы капли воды не прилипали к ее внутренним стенкам, и высушивают.

9.2 Заполняют трубку дистиллированной водой, подавая воду в ее узкую часть так, чтобы пузырьки воздуха не попадали в трубку.

9.2.1 При медленном заполнении дистиллированной водой держите трубку вертикально. Пузырьки воздуха легче всего образуются под пластииной, служащей опорой пробе активированного угля.

9.3 Закрепляют трубку, заполненную водой, в вертикальном положении и закрывают пробкой ее узкую часть.

9.4 С помощью пипетки осторожно удаляют воду, пока ее уровень не опустится до верха пластины, служащей опорой пробе активированного угля. Осторожность необходима для того, чтобы не допустить опускания уровня воды ниже пластины-опоры, что может привести к образованию пузырьков воздуха и неправильной градуировке трубы. Если это все же произошло, трубку вновь заполняют водой по 9.1—9.3.

9.5 С помощью бюретки помещают в трубку $(16,7 \pm 0,05)$ см³ воды и ставят на трубке метку на уровне мениска.

10 Уход за водяной баней

10.1 Во избежание образования плесени воду в водяной бане периодически меняют.

11 Проведение испытания

11.1 Подходящее количество активированного угля сушат способом, регламентированным ASTM D 2867, раздел 4.

11.2 Определяют кажущуюся плотность активированного угля по ASTM D 2854 и записывают результат определения.

11.3 Взвешивают пустую сухую трубку для пробы с заглушками с погрешностью $\pm 0,01$ г и записывают результат взвешивания.

11.4 Заполняют трубку активированным углем со скоростью от 0,35 до 1,0 см³/с до уровня метки. Делают это с помощью вибрационного питателя, описанного в ASTM D 2854, и подходящей воронки. Активированным углем с более крупными зернами заполняют трубку медленнее для достижения требуемой плотности упаковки.

11.5 Заполненную трубку с заглушками взвешивают с погрешностью $\pm 0,01$ г и записывают ее массу.

11.5.1 Для получения воспроизводимых результатов плотность упаковки угля в трубке, вычисляемая как масса активированного угля, деленная на 16,7, должна составлять не менее 94 % кажущейся плотности сухого активированного угля. При несоблюдении данного требования соотношение объемов пробы и очищающего воздуха, а следовательно, количество бутана, уходящего с очищающим воздухом, будет изменяться от одного испытания к другому. Если требуемая плотность упаковки активированного угля не достигнута с первого раза, процедуру заполнения трубы повторяют до тех пор, пока не получат требуемую плотность. Если требуемой плотности не удается достичь после нескольких попыток, испытание продолжают, записав плотность слоя активированного угля, при которой испытание проводят.

11.6 Устанавливают температуру воды в водяной бане $(25,0 \pm 0,2)$ °С.

11.7 Трубку с активированным углем опускают в вертикальном положении в водяную баню и присоединяют к выходу расходомера. Если установка для испытания не размещена целиком в вытяжном шкафу, то выходной патрубок трубы с активированным углем соединяют с вытяжным шкафом с помощью шланга.

11.8 Устанавливают скорость бутана, проходящего через слой активированного угля, $(250 \pm 5) \text{ см}^3/\text{мин}$. Продолжают пропускать бутан через слой активированного угля в течение 900 с.

11.9 Прекращают подачу бутана и отсоединяют трубку с пробой активированного угля от установки, немедленно закрыв ее входной и выходной патрубки заглушками. Трубку извлекают из водяной бани, протирают насухо ее внешнюю поверхность и визуально проверяют наличие в трубке водяного конденсата. При обнаружении следов конденсата испытание прекращают и повторяют его с самого начала.

11.10 Взвешивают трубку с пробой и заглушками с погрешностью $\pm 0,01 \text{ г}$ и записывают ее массу.

11.11 Вновь присоединяют трубку с пробой к установке и продувают ее бутаном в течение 600 с, после чего снова взвешивают. Процедуру продувки и взвешивания повторяют до достижения постоянной массы трубы.

11.12 Трубку с пробой насыщенного активированного угля присоединяют к установке и пропускают через нее сухой, не содержащий органических примесей воздух со скоростью $(300 \pm 5) \text{ см}^3/\text{мин}$ в течение $(2400 \pm 20) \text{ с}$.

11.13 Прекращают продувку воздухом, отсоединяют трубку с пробой от установки, ставят заглушки на входной и выходной патрубки, извлекают трубку из водяной бани и вытирают насухо ее внешнюю поверхность.

11.14 Взвешивают трубку с пробой и заглушками с погрешностью $\pm 0,01 \text{ г}$ и записывают ее массу.

12 Обработка результатов

12.1 Вычисления, описанные в настоящем разделе, основаны на следующих показателях, определяемых в ходе испытания:

A — кажущаяся плотность по 11.2;

B — масса пустой трубы с заглушками;

C — масса трубы с активированным углем и заглушками до продувки;

D — масса трубы с активированным углем, насыщенным бутаном, и заглушками;

E — масса трубы с активированным углем и заглушками после продувки воздухом.

Примечание 1 — Форма записи результатов измерений и вычислений при определении показателя BWC дана в приложении А1.

12.2 Рабочую ѹмкость по бутану BWC, выраженную на массу и на объем угля, вычисляют по формулам:

$$\text{BWC (масса/масса, \%)} = \frac{D - E}{C - B} \cdot 100; \quad (1)$$

$$\text{BWC (масса/объем, г/100 см}^3\text{)} = \frac{D - E}{C - B} \cdot A100. \quad (2)$$

12.3 Адсорбционную активность по бутану, выраженную на массу и на объем активированного угля, вычисляют по формулам:

$$\text{Адсорбционная активность по бутану (масса/масса, \%)} = \frac{D - C}{C - B} \cdot 100; \quad (3)$$

$$\text{Адсорбционная активность по бутану (масса/объем, г/100 см}^3\text{)} = \frac{D - C}{C - B} \cdot A100. \quad (4)$$

12.4 Удерживающую способность по бутану, выраженную на массу и на объем активированного угля, вычисляют по формулам:

$$\text{Удерживающая способность по бутану (масса/масса, \%)} = \frac{E - C}{C - B} \cdot 100; \quad (5)$$

$$\text{Удерживающая способность по бутану (масса/объем, г/100 см}^3\text{)} = \frac{E - C}{C - B} \cdot A100. \quad (6)$$

13 Протокол испытаний

- 13.1 Протокол испытаний должен содержать:
- 13.1.1 наименование поставщика активированного угля;
 - 13.1.2 обозначение пробы активированного угля;
 - 13.1.3 размер гранул активированного угля;
 - 13.1.4 значение рабочей емкости по бутану;
 - 13.1.5 значение адсорбционной активности по бутану;
 - 13.1.6 значение удерживающей способности по бутану;
 - 13.1.7 наименование исполнителя и технические характеристики испытания;
 - 13.1.8 идентификационный номер и дату проведения испытания;
 - 13.1.9 номер партии, от которой отобрана пробы активированного угля.

14 Прецизионность и смещение

14.1 Межлабораторные испытания с использованием настоящего метода проведены в 1990 г.¹⁾

Каждая из восьми лабораторий-участников провела испытания трех разных проб активированного угля, каждая из которых была представлена тремя случайно выбранными экземплярами. Ниже представлены результаты, обработанные с помощью компьютерной программы в соответствии с ASTM E 691.

14.2 Пределы повторяемости (внутри лаборатории), %, рассчитанные с доверительной вероятностью 95 %:

	Активированный уголь		
	A	B	C
Адсорбционная активность (масса/масса, %)	1,95	2,34	0,97
Удерживающая способность (масса/масса, %)	2,52	1,80	1,77
Рабочая емкость (масса/масса, %)	2,05	3,14	2,19
Адсорбционная активность (масса/объем, г/100 см ³)	0,68	0,70	0,40
Удерживающая способность (масса/объем, г/100 см ³)	0,72	0,52	0,95
Рабочая емкость (масса/объем, г/100 см ³)	0,51	0,92	1,04

14.3 Пределы воспроизводимости (между лабораториями), %, рассчитанные с доверительной вероятностью 95 %:

	Активированный уголь		
	A	B	C
Адсорбционная активность (масса/масса, %)	3,57	3,15	1,05
Удерживающая способность (масса/масса, %)	3,75	3,79	3,79
Рабочая емкость (масса/масса, %)	5,06	4,70	3,83
Адсорбционная активность (масса/объем, г/100 см ³)	0,91	1,08	0,57
Удерживающая способность (масса/объем, г/100 см ³)	1,05	1,22	1,84
Рабочая емкость (масса/объем, г/100 см ³)	1,41	1,51	2,06

14.4 Пределы повторяемости и воспроизводимости результатов определения кажущейся плотности, рассчитанные с доверительной вероятностью 95 %:

	Активированный уголь		
	A	B	C
Предел повторяемости, г/100 см ³	0,012	0,004	0,008
Предел воспроизводимости, г/100 см ³	0,019	0,021	0,025

Примечание 2 — Термины «повторяемость» и «воспроизводимость» использованы в соответствии с ASTM E 177.

¹⁾ Подтверждающие данные хранятся в центральном международном офисе ASTM и могут быть получены для ознакомления при запросе Отчета об исследовании (Research Report) RR:D28-1003.

**Приложение А1
(обязательное)**

Форма записи результатов и вычислений при определении BWC

A1.1 Форма записи представлена на рисунке А1.1.

Лаборатория _____	Исполнитель _____	Дата _____
Обозначение пробы _____		
A Кажущаяся плотность	_____	
B Масса пустой трубы с заглушками	_____	
C Масса трубы с активированным углем и заглушками	_____	
D Масса трубы с активированным углем, насыщенным бутаном, и заглушками	_____	
E Масса трубы с активированным углем и заглушками после продувки воздухом	_____	
Рабочая емкость (масса/масса, %)	_____	
Рабочая емкость (масса/объем, г/100 см ³)	_____	
Адсорбционная активность (масса/масса, %)	_____	
Адсорбционная активность (масса/объем, г/100 см ³)	_____	
Удерживающая способность (масса/масса, %)	_____	
Удерживающая способность (масса/объем, г/100 см ³)	_____	

Рисунок А1.1 — Пример записи результатов измерений и вычислений при определении BWC

Приложение ДА
(справочное)**Сведения о соответствии ссылочных стандартов межгосударственным стандартам**

Таблица Д.1

Обозначение ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ASTM D 2652	—	*
ASTM D 2854	—	*
ASTM D 2867	—	*
ASTM D 3195	—	*
ASTM E 177	—	*
ASTM E 300	—	*
ASTM E 691	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта.

УДК 621.3.035.222.2:543.06:006.354

МКС 75.160.10

Ключевые слова: активированный уголь, стандартный метод, определение рабочей емкости, бутан

Редактор Е.И. Мосур
 Технические редакторы В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова
 Корректор Е.М. Поляченко
 Компьютерная верстка Г.В. Струковой

Сдано в набор 22.08.2019. Подписано в печать 17.09.2019. Формат 60 × 84 $\frac{1}{8}$. Гарнитура Ариал.
 Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,10.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
www.jurisizdat.ru y-book@mail.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
 для комплектования Федерального информационного фонда стандартов.
 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru