

G15

备案号:

Q/ZXAC

福建省芝星炭业股份有限公司企业标准

Q ZXAC—2025

## 活性炭中磷元素含量的测定

Test Method of phosphorus content of activated carbons

(发布稿)

2025 - 04 - 17 发布

2025- 04 - 24 实施

福建省芝星炭业股份有限公司 发布

“十四五”国家重点研发计划课题 (2023YFD2201601)

## 前 言

本标准规定了测定活性炭中水溶性含磷组分和水不可溶性含磷组分的磷元素含量测定方法。

本文件为首次发布。

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。

本文件参考“ISO/IEC导则，第2部分，2018，《ISO和IEC文件的结构和起草的原则与规范》”起草，一致性程度为XXX。

本文件由 南京林业大学 提出并归口。

本文件起草单位：南京林业大学；福建省芝星炭业股份有限公司。

本文件主要起草人：左宋林，王珊珊，李冰颖，魏安国。

“十四五”国家重点研发计划课题 (2023YFD2201601)

“十四五”国家重点研发计划课题 (2023YFD2201601)

# 活性炭中磷元素含量测定

## 1. 范围

本文件规定了活性炭中磷元素含量的测试方法。

本文件适用于磷酸活化法生产的活性炭与磷酸等含磷物质改性的活性炭中磷元素含量的测定。

## 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，注明日期的引用文件，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（包括所有的修改版）适用于本文件。

GB 11893-89水质总磷的测定 钼酸铵分光光度法

GB/T 12496.4-1999 木质活性炭试验方法 水分含量的测定

## 3. 术语和定义

### 3.1 水溶性含磷组分

活性炭中能够直接溶解于水的含磷组分。

### 3.2 不溶性含磷组分

活性炭中不能溶解于水的含磷组分。

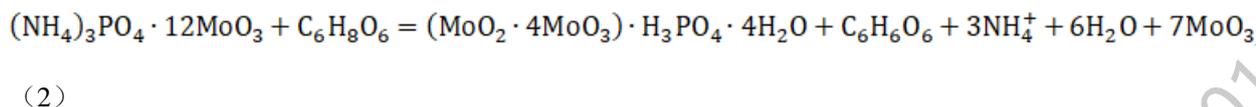
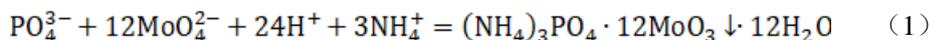
### 3.3 活性炭的磷元素含量

活性炭中水溶性磷和水不溶性磷含量之和。

## 4. 方法原理

首先用去离子水浸提活性炭，提取活性炭中水溶性含磷化合物，得到含磷化合物的水溶液；然后将提取了水溶性含磷化合物的活性炭进行完全消解，将不溶性的含磷组分转变为可溶于水的含磷化合物，制得含磷化合物的水溶液。采用磷钼蓝分光光度法测试两种溶液的磷元素含量，得到活性炭的水溶性磷含量和不溶性磷含量。活性炭的磷元素含量为水溶性含磷组分和不溶性含磷组分的磷元素含量总和。磷钼蓝分光光度法是在酸性溶液中，在钼盐存在下溶液中的磷酸根离子与钼酸铵反应，生成磷钼杂

多酸，如下反应式（1）所示；然后用还原剂将它们还原成蓝色的磷钼蓝化合物，如反应式（2）所示；根据溶液中磷钼蓝化合物的吸光度，计算溶液中的磷酸根浓度。



## 5. 试剂和材料

本标准所用试剂除特别说明外，均应使用符合国家标准或专业标准的分析试剂和超纯水。

5.1 磷酸二氢钾（ $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ）：优级纯。在 $105 \pm 5^\circ\text{C}$ 下烘至恒重，于干燥器中保存。

5.2 浓硫酸（ $\text{H}_2\text{SO}_4$ ）：分析纯，浓度98%。

5.3 浓高氯酸（ $\text{HClO}_4$ ）：分析纯，浓度72%。

5.4 （1+1）硫酸溶液：浓硫酸和超纯水按照体积比1:1的比例混合。

5.5 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。称取4.000 g氢氧化钠溶于水并定容至1000 mL容量瓶中。

5.6 26 g/L钼酸铵溶液。称取13.000 g钼酸铵（ $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ；AR>99.0%）溶解于100 mL去离子水中，制得钼酸铵溶液；称取0.350g酒石酸锑钾，溶解于100 mL水中制得酒石酸锑钾溶液；在不断搅拌的情况下，往钼酸铵水溶液中加入200 mL的（1+1）硫酸溶液，然后倒入酒石酸锑钾溶液混合均匀，并转移至500 mL的棕色容量瓶，用（1+1）硫酸（5.4）定容至标线。

5.7 100 g/L抗坏血酸溶液：将10g抗坏血酸（ $\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_6$ ）溶于去离子水中，并定容至100 mL容量瓶。

5.8 0.5 mol/L硫酸溶液：将27 mL浓硫酸（5.2）加入到973 mL水中。

5.9 50 mg/L磷酸二氢钾标准贮备液：将标准物质磷酸二氢钾（ $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ）在 $105^\circ\text{C}$ 下干燥2h，并在干燥器中冷却至室温，称取 $0.2197 \pm 0.001 \text{ g}$ 磷酸二氢钾，用去离子水溶解后转移至1000 mL容量瓶中，依次加入800 mL去离子水和5 mL（1+1）硫酸（5.4），用去离子水定容至1000 mL混匀。该溶液贮存于聚乙烯瓶中。

5.10 2 mg/L磷酸二氢钾标准液：移取10 mL的50 mg/L磷酸二氢钾标准贮备液（5.9）至250 mL容量瓶中，用去离子水定容至250 mL混匀，使用当天配制。

5.11 10 g/L酚酞溶液：将0.5 g酚酞溶于50 mL 98%的乙醇中。

5.12 1g/L硫代硫酸钠溶液：称取1.000g硫代硫酸钠（ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{SO}_3$ ），用去离子水溶解并定容至1000mL容量瓶中。

5.13 1g/L亚硫酸氢钠溶液：称取1.000g亚硫酸氢钠（ $\text{NaHSO}_3$ ），用去离子水溶解并定容至1000mL容量瓶中。

5.14 抗干扰剂：将1g/L的硫代硫酸钠溶液（5.12）和1g/L亚硫酸氢钠（5.13）溶液按照体积比1:1进行混合。现用现配。

## 6. 仪器和设备

6.1 可调式加热炉

6.2 容量瓶。规格：25mL，100mL，500 mL，1000mL。

6.3 紫外可见分光光度计：配备10mm比色皿。

6.4 分析天平：精度为0.0001g。

6.5 油浴锅：可调控搅拌速率和温度的油浴锅。

6.6 水系滤膜。规格：0.45 $\mu\text{m}$ 。

## 7. 分析步骤

### 7.1 水溶性含磷组分的提取

称取研磨至200目（200目的通过率大于95%）的粉状活性炭5.000g，倒入250mL的三口烧瓶中，加入100mL去离子水，在三口烧瓶上装上回流冷凝器，放置于油浴中加热至油浴温度105 $^{\circ}\text{C}$ 进行回流，同时充分搅拌，使粉状活性炭在去离子水中形成悬浮液，回流时间60min。回流结束后，趁热用水系滤膜（6.6）过滤，得到的滤液转移至100mL的容量瓶，并用去离子水定容，得到含磷提取液。过滤得到的活性炭粉末则放入烘箱中在110 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒重，保持在密封的干燥器中，供后续消解使用。

### 7.2 活性炭的消解

称取步骤7.1中已完成水溶性含磷组分提取且干燥至恒重的粉状活性炭0.2000g，置于100mL烧瓶中，加入8mL浓硫酸（5.2）和2mL浓高氯酸（5.3），在通风柜中加热煮沸使固体活性炭完全消解成透明溶液。将消解液冷却至室温，并定容至100mL容量瓶中，得到含磷消解液。

### 7.3 溶液中磷含量的分析

用移液管准确移取上述提取液（7.1）或消解液（7.2）10 mL至50mL容量瓶，加入0.5 mL由亚硫酸氢钠和硫代硫酸钠配制的抗干扰剂（5.14），滴入一滴酚酞指示剂（5.11），滴加氢氧化钠溶液（5.5）至溶液呈微红色，再用硫酸溶液（5.8）滴加至微红色刚好褪去，加入1mL100g/L的抗坏血酸溶液（5.7），等待15 s后再加入2 mL浓度为26 g/L的钼酸铵溶液（5.6），定容至50 mL。在室温（25℃）下显色15-20 min，在波长为710 nm的光下用紫外可见分光光度计（6.3）测试溶液的吸光度。根据溶液的吸光度，在标准曲线上得出测试溶液的磷含量。如果吸光度不在标准曲线范围，需要将待测的含磷原液稀释到合适的倍数重复上述测试过程，直至达到标准曲线的浓度范围（0.06~1mg/L）。

#### 7.4 空白试样

用超纯水代替含磷待测液按7.3所述步骤测定其吸光度。

#### 7.5 标准曲线的制作

以分析纯的磷酸二氢钾为磷标准物质，分别移取浓度为2mg/L磷标准溶液（5.10）0、2.5、5、10、15、20、25mL，加入至7个50mL容量瓶中，然后依次加入25mL去离子水，加入一滴酚酞指示剂（5.11），逐滴加入氢氧化钠溶液（5.5），使溶液呈现微红色，再逐滴加入硫酸溶液（5.8），至溶液的颜色从微红色刚好变成无色。加入1mL抗坏血酸溶液（5.7），混匀，等待30s后再加入2mL钼酸铵溶液（5.6），用去离子水定容至50 mL，混匀。容量瓶在室温下（25℃）放置15 min进行显色，在710 nm波长下用10 mm比色皿测出溶液的吸光度，以去离子水做参比。以溶液的吸光度为纵坐标，磷浓度（mg/L）为横坐标，绘制标准曲线。

## 8. 结果计算与表示

### 8.1 结果计算

根据公式（1）计算溶液中磷元素的含量。

$$\omega = \frac{C \times f \times 5 \times V_0}{m (1-w)} \quad (1)$$

式中， $\omega$  是活性炭中磷元素含量，mg/g；C 是根据吸光度得到的溶液中磷元素含量，mg/L； $V_0$  是待测溶液的总体积（根据 7.1 和 7.2，提取液和消解液的体积为 100mL），L；f 是移取之前待测溶液的稀释倍数；5 是显色过程溶液的稀释倍数；m 是称取的活性炭质量，g；w 为活性炭测试样品的含水率，%。

根据公式（1）计算得到活性炭样品的水溶性含磷组分和不溶性含磷组分的磷元素含量，两者之和得到活性炭中磷元素的总含量。

## 8.2 结果表示

测定结果小数位数最多保留三位有效数字。

## 9. 质量保证和质量控制

9.1 标准曲线中拟合的溶液磷元素含量与吸光度的直线关系的相关系数应大于0.999。

9.2 每批样品应做空白试验，其测试结果应低于检测下限。

9.3 每批样品应至少做2个平行实验。

9.4 每批样品需做标准曲线。

## 10. 注意事项

采样仪器、实验仪器和设备在使用时应没有任何含磷成分。试验中使用的玻璃器皿可用（1+5）盐酸溶液浸泡2h，或用不含磷的洗涤剂清洗；比色皿用完之后应用稀硝酸或铬酸洗液浸泡一段时间，除去吸附的钼蓝有色物质；最后用超纯水清洗干净。

“十四五”国家重点研发计划项目(2023YFD2201601)