

ICS 71.100.99

G 74; G 75

备案号: 65344~65347—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5408~5411—2018

吡啶加氢制哌啶用钨炭催化剂
化学成分分析方法、脱液化气中
无机硫催化剂化学成分分析方法、
中温耐硫水解催化剂化学成分分析方法
和辛烯醛气相加氢制 2-乙基己醇催化剂
(2018)

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 5408—2018	吡啶加氢制哌啶用钨炭催化剂化学成分分析方法	(1)
HG/T 5409—2018	脱液化气中无机硫催化剂化学成分分析方法	(13)
HG/T 5410—2018	中温耐硫水解催化剂化学成分分析方法	(23)
HG/T 5411—2018	辛烯醛气相加氢制 2-乙基己醇催化剂	(33)

ICS 71. 100. 99
G 74
备案号: 65345—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5409—2018

脱液化气中无机硫催化剂 化学成分分析方法

Analytical method of chemical composition
for inorganic sulfur removal of liquefied gas

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化工催化剂分技术委员会（SAC/TC63/SC10）归口。

本标准起草单位：南化集团研究院、山东省产品质量检验研究院。

本标准主要起草人：李艳荣、邹惠玲、邱爱玲、董海龙、刘鑫、赵梅。

脱液化气中无机硫催化剂化学成分分析方法

警示——本标准中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，部分操作具有危险性。本标准并未揭示所有可能的安全问题，使用者操作时应小心谨慎并有责任采取适当的安全和健康措施。

1 范围

本标准规定了脱液化气中无机硫催化剂化学成分分析方法。

本标准适用于以氧化铁为载体并添加其他活性成分制备而成的脱液化气中无机硫催化剂中铜（Cu）、铁（Fe）、钙（Ca）和镁（Mg）质量分数的测定。

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 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 6003.1 试验筛 技术要求和检验 第1部分：金属丝编织网试验筛

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 一般规定

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备。

4 样品

4.1 实验室样品

按 GB/T 6679 的规定取得。

4.2 试样

将实验室样品混合均匀，用四分法分取约 40 g，在瓷研钵中破碎研细。再用四分法分取约 20 g，继续研细至试样全部通过 150 μm 试验筛（按照 GB/T 6003.1 中 R40/3 系列）。置于称量瓶中，于 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 干燥 2 h，取出放入干燥器内冷却至室温，备用。

4.3 试料溶液的制备

4.3.1 试剂

4.3.1.1 盐酸。

4.3.1.2 硝酸-高氯酸混酸：7+3。

4.3.1.3 盐酸溶液：1+1。

4.3.2 试验步骤

4.3.2.1 试液 A 的制备

称取约 0.3 g 试样，精确至 0.000 1 g。置于 250 mL 锥形瓶中，用水润湿。在通风橱内，加入 10 mL 盐酸，缓慢加热，溶解 5 min，避免沸腾。加入 10 mL 硝酸-高氯酸混酸，继续加热溶解并蒸发至白烟冒尽。冷却后，用水冲洗杯壁，加水至约 30 mL，加热使可溶性盐类溶解。冷却至室温，备用。该试液用于铜和铁质量分数的测定。

4.3.2.2 试液 B 的制备

称取约 0.5 g 试样，精确至 0.000 1 g。置于 250 mL 烧杯中，用水润湿。在通风橱内，加入 15 mL 盐酸，盖上表面皿，缓慢加热，溶解 5 min，避免沸腾。加入 15 mL 硝酸-高氯酸混酸，继续加热溶解并蒸发至白烟冒尽。冷却后，用水冲洗表面皿和杯壁，加入 2 mL 盐酸溶液，加水至约 60 mL，加热使可溶性盐类溶解。待溶液冷却后，将溶液转移至 250 mL 容量瓶中，用少量水冲洗烧杯壁 5 次~6 次，洗液一并转入容量瓶中，冷却至室温后，用水稀释至刻度，摇匀。必要时，干过滤。该试液用于钙和镁质量分数的测定。

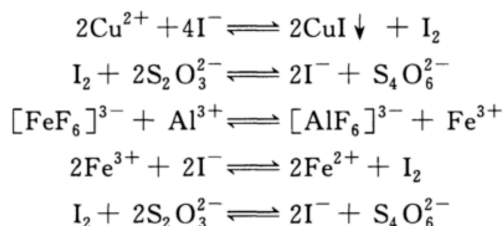
5 铜 (Cu) 和铁 (Fe) 质量分数的测定

5.1 原理

在弱酸溶液中加入适量碘化钾， Cu^{2+} 与碘化钾作用游离出等量的碘，以淀粉作为指示液，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定，从而测出催化剂中铜质量分数。

在滴定铜之后的溶液中加入过量的三氯化铝，使 Fe^{3+} 从 $[\text{FeF}_6]^{3-}$ 中释放出来， Fe^{3+} 与碘化钾作用游离出等量的碘，以淀粉作为指示液，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定，从而测出催化剂中铁质量分数。

反应式如下：



5.2 试剂

5.2.1 碘化钾。

5.2.2 乙酸-乙酸铵溶液：300 g/L。

称取 90 g 乙酸铵，置于 400 mL 烧杯中，加入 150 mL 水和 100 mL 冰乙酸，待溶解后，用水稀释至 300 mL。

5.2.3 氟氢化铵溶液：200 g/L。

称取 20 g 氟氢化铵，置于 100 mL 塑料烧杯中，加热水溶解后，冷却，用水稀释至 100 mL。

5.2.4 三氯化铝溶液：500 g/L。

5.2.5 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1\text{ mol/L}$ 。

5.2.6 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.01\text{ mol/L}$ 。

量取 25.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液（见 5.2.5），置于 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.2.7 淀粉指示液：10 g/L。

5.3 试验步骤

在试液 A 中滴加乙酸-乙酸铵溶液至红色不再加深并过量 2 mL~3 mL，然后滴加氟氢化铵溶液至红色消失并过量 1 mL~2 mL，摇匀，加入 2 g 碘化钾，摇匀，迅速用硫代硫酸钠标准滴定溶液（见 5.2.6）滴定至溶液呈淡黄色，加入 1 mL 淀粉指示液，继续滴定至蓝色消失为终点。计算铜质量分数。

在滴定铜之后的溶液中加入 20 mL 三氯化铝溶液，摇匀，放置 5 min 后用硫代硫酸钠标准滴定溶液（见 5.2.5）滴定至溶液蓝色消失为终点。计算铁质量分数。

测定铁时要随同试样做空白试验。

5.4 试验数据处理

5.4.1 铜质量分数

铜（Cu）质量分数 w_1 ，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{VcM}{1\,000m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V ——滴定铜消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液（见 5.2.6）的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液（见 5.2.6）的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——铜的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=63.55$ ）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.10 %。

5.4.2 铁质量分数

铁（Fe）质量分数 w_2 ，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{(V-V_0)cM}{1\,000m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

V ——滴定铁消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液（见 5.2.5）的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 ——滴定空白消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液（见 5.2.5）的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液（见 5.2.5）的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——铁的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=55.85$ ）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.30 %。

6 钙 (Ca) 质量分数的测定

6.1 原理

在近中性条件下,用六亚甲基四胺和铜试剂沉淀分离试料溶液中的铜、铁等干扰元素。在溶液 pH 值为 13 条件下,以钙指示剂为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液滴定溶液中的钙。溶液中残留的干扰离子,用三乙醇胺掩蔽。

6.2 试剂

6.2.1 六亚甲基四胺。

6.2.2 三乙醇胺溶液: 1+1。

6.2.3 铜试剂溶液: 20 g/L。

6.2.4 氢氧化钾溶液: 200 g/L。

6.2.5 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})=0.02 \text{ mol/L}$ 。

6.2.6 钙指示剂。

称取 0.2 g 钙羧酸,与 20 g 预先在 105 °C~110 °C 干燥 2 h 后的氯化钠 (NaCl) 固体研细混匀。

6.3 试验步骤

量取 50.00 mL 试液 B,置于 150 mL 烧杯中,加热将溶液蒸发至湿盐状。冷却后加入 1 g~2 g 六亚甲基四胺,搅匀,再加入 10 mL 铜试剂溶液,搅拌均匀,转移至 100 mL 容量瓶中,用少量水冲洗烧杯壁,洗液一并转入容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。干过滤。量取 25.00 mL 滤液于 250 mL 锥形瓶中,加入 2 mL 三乙醇胺溶液、5 mL 氢氧化钾溶液、0.1 g 钙指示剂,用少量水冲洗杯壁,用乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液滴定至溶液由红色变为蓝色为终点。

6.4 试验数据处理

钙 (Ca) 质量分数 w_3 ,按公式 (3) 计算:

$$w_3 = \frac{VcM}{1\,000m \times (50/250) \times (25/100)} \times 100\% = \frac{VcM}{50m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V ——滴定消耗乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升 (mL);

c ——乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升 (mol/L);

M ——钙的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=40.08$);

m ——试料的质量的数值,单位为克 (g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值应不大于 0.30 %。

7 镁 (Mg) 质量分数的测定

7.1 原理

用原子吸收分光光度计,使用空气-乙炔火焰,于波长 285.2 nm 处测定试料溶液中的镁。加入氯

化锶溶液，消除共存元素铁、硅等的干扰。

7.2 试剂

7.2.1 盐酸溶液：1+1。

7.2.2 氯化锶 ($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 溶液：150 g/L。

7.2.3 镁 (Mg) 标准溶液：100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

7.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：附有镁空心阴极灯。

7.4 试验步骤

7.4.1 工作曲线的绘制

7.4.1.1 取 5 只 100 mL 容量瓶，分别加入镁标准溶液 0 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.30 mL、0.40 mL。在每只容量瓶中各加入 2 mL 氯化锶溶液、2 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

7.4.1.2 按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加镁标准溶液的空白溶液调零，于波长 285.2 nm 处测定溶液的吸光度。

7.4.1.3 以上述溶液中镁的浓度（单位为微克每毫升）为横坐标、对应的吸光度值为纵坐标，绘制工作曲线或计算出线性回归方程。

7.4.2 测定

量取 4.00 mL 试液 B，置于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 氯化锶溶液、2 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。按 7.4.1.2 的规定测定溶液的吸光度，从工作曲线上查得或通过线性回归方程计算出被测溶液中镁的浓度。

7.5 试验数据处理

镁 (Mg) 质量分数 w_4 ，按公式 (4) 计算：

$$w_4 = \frac{cV \times 10^{-6}}{m \times (4/250)} \times 100 \% = \frac{cV \times 125 \times 10^{-6}}{2m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

c ——从工作曲线上查得的或通过线性回归方程计算出的被测溶液中镁的浓度的数值，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)；

V ——被测溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

m ——试料的质量的数值，单位为克 (g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的相对偏差应不大于 2 %。

中华人民共和国
化工行业标准
吡啶加氢制哌啶用钨炭催化剂
化学成分分析方法、脱液化气中
无机硫催化剂化学成分分析方法、
中温耐硫水解催化剂化学成分分析方法
和辛烯醛气相加氢制 2-乙基己醇催化剂
(2018)

HG/T 5408~5411—2018

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张 3 字数 62.4 千字

2019 年 3 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025·2547

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：42.00 元

版权所有 违者必究

打印日期：2019年5月13日

