

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：65346—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5410—2018

中温耐硫水解催化剂化学成分分析方法

Analytical method of chemical composition
for medium-temperature sulfur-resistant hydrolysis catalysts

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、北京三聚环保新材料股份有限公司、华烁科技股份有限公司、太原理工大学。

本标准主要起草人：曾飞、刘彦芳、邱爱玲、魏华、马芳、秦志峰、上官炬。

中温耐硫水解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

本标准规定了中温耐硫水解催化剂化学成分分析方法。

本标准适用于以氧化铝为载体的中温耐硫水解催化剂中三氧化钼（ MoO_3 ）、氧化钠（ Na_2O ）、氧化钙（ CaO ）、氧化钾（ K_2O ）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 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

JJG 178 紫外、可见、近红外分光光度计

JJG 768 发射光谱仪

3 一般规定

本标准中电感耦合等离子发射光谱仪所用水，为电阻率大于等于 $18\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ 的纯水。其他所用试剂和水，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。

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 $150\text{ }\mu\text{m}$ 试验筛（按照 GB/T 6003.1 中 R40/3 系列）。置于称量瓶中，于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 110\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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

硫酸溶液：1+1。

4.3.2 试验步骤

称取约 0.25 g 试样，精确至 0.000 1 g。置于 100 mL 烧杯中，用少量水润湿。在通风橱内，加入 10 mL 硫酸溶液，盖上表面皿，缓慢加热（保持微沸）至试料完全溶解。冷却后，用水冲洗表面皿和烧杯内壁，将溶液移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5 三氧化钼（ MoO_3 ）质量分数的测定

5.1 原理

在硫酸介质中，用抗坏血酸将 6 价钼还原为 5 价钼，5 价钼与硫氰酸盐生成橙红色的络合物，用 1 cm 比色皿，于 465 nm 波长处用分光光度计测定其吸光度，根据工作曲线或回归方程式计算出试液中三氧化钼的质量。

5.2 试剂

5.2.1 硫酸溶液：1+2。

5.2.2 硫酸铁铵溶液：5 g/L。

每升溶液中含 50 mL 磷酸和 100 mL 硫酸溶液（1+1）。

5.2.3 硫氰酸铵溶液：100 g/L。

5.2.4 抗坏血酸溶液：50 g/L。

用时现配。

5.2.5 三氧化钼（ MoO_3 ）标准溶液：500 $\mu\text{g/mL}$ 。

称取 0.500 g 预先于 500 $^{\circ}\text{C}$ ~550 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧至恒量的三氧化钼，置于 200 mL 烧杯中，加入 100 mL 硫酸溶液（1+1），在通风橱内加热溶解后，取下烧杯，冷却。加入少量水溶解盐类，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.2.6 三氧化钼（ MoO_3 ）标准溶液：50 $\mu\text{g/mL}$ 。

量取 10.00 mL 三氧化钼标准溶液（见 5.2.5），置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.3 仪器设备

分光光度计：具有 465 nm 波长，计量性能应满足 JJG 178 的要求。

5.4 试验步骤

5.4.1 工作曲线的绘制

5.4.1.1 取 5 只预先加入 10 mL 硫酸铁铵溶液的 50 mL 容量瓶，分别加入三氧化钼标准溶液（见 5.2.6）0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL。

5.4.1.2 在每只容量瓶中加入 10 mL 硫酸溶液，冷却至室温，再加入 10 mL 硫氰酸铵溶液、10 mL 抗坏血酸溶液，每加一种试剂均需摇匀，然后用水稀释至刻度，摇匀，放置 30 min。

5.4.1.3 以不加三氧化钼标准溶液的空白溶液为参比，用 1 cm 比色皿，于 465 nm 波长处用分光光度计测定标准溶液系列的吸光度。

5.4.1.4 以上述溶液中三氧化钼的质量为横坐标、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式。

5.4.2 测定

5.4.2.1 量取一定量的试料溶液，使其相应的三氧化钼质量为 $50\ \mu\text{g}\sim 200\ \mu\text{g}$ 。置于预先加入 10 mL 硫酸铁铵溶液的 50 mL 容量瓶中，后续操作按照 5.4.1.2 中“加入 10 mL 硫酸溶液……放置 30 min”的规定。

5.4.2.2 以不加三氧化钼标准溶液的空白溶液为参比，用 1 cm 比色皿，于 465 nm 波长处用分光光度计测定溶液中三氧化钼的吸光度。

5.4.2.3 从工作曲线上查得或通过回归方程式计算出被测溶液中三氧化钼的质量。

5.5 试验数据处理

三氧化钼 (MoO_3) 质量分数 w_1 ，按公式 (1) 计算：

$$w_1 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m(V_1/V)} \times 100\% = \frac{m_1 V \times 10^{-6}}{m V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得的或通过回归方程式计算出的三氧化钼的质量的数值，单位为微克 (μg)；

V ——试料溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

m ——试料的质量的数值，单位为克 (g)；

V_1 ——分取试料溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果，平行测定结果的相对偏差应不大于 5 %。

6 氧化钠 (Na_2O) 质量分数的测定

6.1 原理

用电感耦合等离子体发射光谱仪，以高纯氩气为工作气，于波长 589.59 nm 处测定试料溶液中钠的分析线信号强度，用工作曲线法定量。

6.2 试剂

6.2.1 硫酸溶液：1+1。

6.2.2 氧化钠 (Na_2O) 标准溶液：1 mg/mL。

称取 1.886 g 于 $500\ ^\circ\text{C}\sim 600\ ^\circ\text{C}$ 灼烧至恒量的氯化钠，置于 200 mL 烧杯中，加水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。贮于聚乙烯瓶中，低温贮存。

6.2.3 氧化钠 (Na_2O) 标准溶液：100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

量取 10.00 mL 氧化钠标准溶液 (见 6.2.2)，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪：计量性能应满足 JJG 768 的要求。

6.4 试验步骤

6.4.1 工作曲线的绘制

6.4.1.1 取 6 只 100 mL 容量瓶，分别加入氧化钠标准溶液（见 6.2.3）0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL。在每个容量瓶中各加入 4 mL 硫酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。对应标准溶液中氧化钠的浓度分别为 0 μg/mL、2 μg/mL、4 μg/mL、6 μg/mL、8 μg/mL、10 μg/mL。

6.4.1.2 按仪器工作条件，于波长 589.59 nm 处测定氧化钠标准溶液中钠的分析线信号强度。

6.4.1.3 以上述溶液中氧化钠的浓度（单位为微克每毫升）为横坐标、钠的分析线信号强度值为纵坐标，绘制工作曲线。

6.4.2 测定

按 6.4.1.2 的规定测定试料溶液中的钠的分析线信号强度，从工作曲线上查出被测溶液中氧化钠的浓度。

6.5 试验数据处理

氧化钠（Na₂O）质量分数 w_2 ，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{cV \times 10^{-6}}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c ——试料溶液中氧化钠的浓度的数值，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V ——试料溶液的体积的数值，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作为测定结果，平行测定结果的相对偏差应不大于 10 %。

7 氧化钙（CaO）质量分数的测定

7.1 原理

用电感耦合等离子体发射光谱仪，以高纯氩气为工作气，于波长 393.37 nm 处测定试料溶液中钙的分析线信号强度，用工作曲线法定量。

7.2 试剂

7.2.1 硫酸溶液：1+1。

7.2.2 氧化钙（CaO）标准溶液：1 mg/mL。

称取 1.785 g 于 105 ℃～110 ℃干燥至恒量的碳酸钙，置于 200 mL 烧杯中，用水润湿，加入 20 mL 盐酸溶液（1+1），溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。贮存于聚乙烯塑料瓶中。

7.2.3 氧化钙（CaO）标准溶液：100 μg/mL。

量取 10.00 mL 氧化钙标准溶液（见 7.2.2），置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪：计量性能应满足 JJG 768 的要求。

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，分别加入氧化钙标准溶液（见 7.2.3）0.00 mL、0.25 mL、0.50 mL、0.75 mL、1.00 mL。在每个容量瓶中各加入 4 mL 硫酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。对应标准溶液中氧化钙浓度分别为 0 $\mu\text{g/mL}$ 、0.25 $\mu\text{g/mL}$ 、0.50 $\mu\text{g/mL}$ 、0.75 $\mu\text{g/mL}$ 、1.00 $\mu\text{g/mL}$ 。

7.4.1.2 按仪器工作条件，于波长 393.37 nm 处测定氧化钙标准溶液中钙的分析线信号强度。

7.4.1.3 以上述溶液中氧化钙的浓度（单位为微克每毫升）为横坐标、钙的分析线信号强度值为纵坐标，绘制工作曲线。

7.4.2 测定

按 7.4.1.2 的规定测定试料溶液中钙的分析线信号强度，从工作曲线上查出被测溶液中氧化钙的浓度。

7.5 试验数据处理

氧化钙（CaO）质量分数 w_3 ，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{cV \times 10^{-6}}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

c ——试料溶液中氧化钙的浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——试料溶液的体积的数值，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作为测定结果，平行测定结果的相对偏差应不大于 10 %。

8 氧化钾（K₂O）质量分数的测定

8.1 原理

用电感耦合等离子体发射光谱仪，以高纯氩气为工作气，于波长 766.49 nm 处测定试料溶液中钾的分析线信号强度，用工作曲线法定量。

8.2 试剂

8.2.1 硫酸溶液：1+1。

8.2.2 氧化钾（K₂O）标准溶液：1 mg/mL。

称取 1.583 g 于 500 $^{\circ}\text{C}$ ~ 600 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧至恒量的氯化钾，置于 200 mL 烧杯中，加水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。贮存于聚乙烯塑料瓶中。

8.2.3 氧化钾（K₂O）标准溶液：100 $\mu\text{g/mL}$ 。

量取 10.00 mL 氧化钾标准溶液（见 8.2.2），置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

8.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪：计量性能应满足 JJG 768 的要求。

8.4 试验步骤

8.4.1 工作曲线的绘制

8.4.1.1 取 6 只 100 mL 容量瓶，分别加入氧化钾标准溶液（见 8.2.3）0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL。在每个容量瓶中各加入 4 mL 硫酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。对应标准溶液中氧化钾浓度分别为 0 $\mu\text{g/mL}$ 、1 $\mu\text{g/mL}$ 、2 $\mu\text{g/mL}$ 、3 $\mu\text{g/mL}$ 、4 $\mu\text{g/mL}$ 、5 $\mu\text{g/mL}$ 。

8.4.1.2 按仪器工作条件，于波长 766.49 nm 处测定氧化钾标准溶液中钾的分析线信号强度。

8.4.1.3 以上述溶液中氧化钾的浓度（单位为微克每毫升）为横坐标、钾的分析线信号强度值为纵坐标，绘制工作曲线。

8.4.2 测定

量取一定量的试料溶液，使其相应的氧化钾质量为 100 μg ~500 μg 。按 8.4.1.2 的规定测定分取试料溶液中钾的分析线信号强度，从工作曲线上查出被测溶液中氧化钾的浓度。

8.5 试验数据处理

氧化钾 (K_2O) 质量分数 w_4 ，按公式 (4) 计算：

$$w_4 = \frac{cV_1 \times 10^{-6}}{mV_2/100} \times 100 \% = \frac{cV_1 \times 10^{-4}}{mV_2} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

c ——被测溶液中氧化钾的浓度的数值，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；

V_1 ——被测溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

m ——分取试料的质量的数值，单位为克 (g)；

V_2 ——分取试料溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)。

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

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

