

ICS 71. 100. 99
G 74

备案号: 65353~65356—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5417~5420—2018

甲醇气相脱水制二甲醚催化剂活性试验
方法、锰系臭氧分解催化剂化学成分分析
方法和活性试验方法以及液化气中正构
烯烃制异丁烯催化剂化学成分分析方法
(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 5417—2018	甲醇气相脱水制二甲醚催化剂活性试验方法	(1)
HG/T 5418—2018	锰系臭氧分解催化剂化学成分分析方法	(13)
HG/T 5419—2018	锰系臭氧分解催化剂活性试验方法	(27)
HG/T 5420—2018	液化气中正构烯烃制异丁烯催化剂化学成分分析方法	(39)

ICS 71. 100. 99
G 74
备案号: 65354—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5418—2018

锰系臭氧分解催化剂化学成分分析方法

Analytical method of chemical composition
for manganese ozone decomposition catalyst

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、成都东方凯特瑞环保催化剂有限责任公司。

本标准主要起草人：贺艳、邱爱玲、邹惠玲、牛磊、李明、刘鑫、赵梅。

锰系臭氧分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

本标准规定了锰系臭氧分解催化剂化学成分分析方法。

本标准适用于对环境大气和室内空气中的臭氧进行脱除、减少城市光化学污染的主要污染物的锰系臭氧分解催化剂中二氧化锰（ MnO_2 ）、铁（Fe）、铜（Cu）、钙（Ca）、镁（Mg）、钠（Na）、钛（Ti）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 中的规定取得。

4.2 试样

将实验室样品混合均匀，用四分法分取约 40 g，在磨样机中破碎研细。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，取出置于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 高氯酸。

4.3.1.2 氢氟酸。

4.3.1.3 盐酸溶液：1+1。

4.3.2 操作步骤

称取约 0.5 g 试样，精确至 0.000 1 g。置于铂皿中，用水润湿。在通风橱内，加入 10 mL 高氯酸、20 mL 氢氟酸，置于可调温电炉上加热蒸发至湿盐状。取下稍冷，加入约 30 mL 水、20 mL 盐酸溶液，加热使盐类溶解。移入 250 mL 容量瓶中，用热水洗涤铂皿 7 次~8 次，将洗液一并移入容量瓶中，冷却至室温后，用水稀释至刻度，摇匀。必要时干过滤。该溶液用于测定铁（Fe）、铜（Cu）、钙（Ca）、镁（Mg）、钠（Na）、钛（Ti）质量分数。

5 二氧化锰（MnO₂）质量分数的测定

5.1 原理

试料用硫磷混酸溶液溶解后，以银离子为催化剂，用过硫酸铵将低价锰氧化为高锰酸根离子，以 *N*-苯基邻氨基苯甲酸为指示液，用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定。

5.2 试剂

5.2.1 过硫酸铵。

5.2.2 硫磷混酸溶液：2+5+3。

5.2.3 硝酸银溶液：10 g/L。

5.2.4 过氧化氢溶液：1+9。

5.2.5 硫酸亚铁铵标准滴定溶液： $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2]=0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.2.6 *N*-苯基邻氨基苯甲酸指示液：2 g/L。

称取 0.20 g *N*-苯基邻氨基苯甲酸，溶于 100 mL 碳酸钠溶液（2 g/L）中，搅匀。

5.3 试验步骤

称取 0.2 g~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 20 mL 硫磷混酸溶液、10 mL 过氧化氢溶液，盖上表面皿，缓慢加热使试料完全溶解，煮沸 10 min。用热水稀释至约 150 mL，加入 5 mL 硝酸银溶液、2 g 过硫酸铵，放置 10 min。煮沸 5 min~7 min，流水迅速冷却至室温，用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至溶液呈浅红色，加入 3 滴~4 滴 *N*-苯基邻氨基苯甲酸指示液，继续滴定至溶液变为亮绿色即为终点。

5.4 试验数据处理

二氧化锰（MnO₂）质量分数 w_1 ，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{[V/(5 \times 1\,000)]cM}{m} \times 100\% = \frac{VcM}{5\,000m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——二氧化锰的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=86.95$ ）；

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 0.20 %。

6 铁（Fe）质量分数的测定

6.1 原理

试料溶解于混酸，用抗坏血酸还原溶液中的铁，在 pH 值为 2 的条件下 2 价铁离子与 1,10-菲啰啉反应生成橙色络合物，于波长 510 nm 处测定此络合物的吸光度。

6.2 试剂

6.2.1 盐酸溶液：1+1。

6.2.2 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：pH≈4.5。

6.2.3 抗坏血酸溶液：100 g/L。

用时现配。

6.2.4 1,10-菲啰啉盐酸溶液：1.5 g/L。

称取 0.15 g 1,10-菲啰啉，溶于少量水中，加入 0.5 mL 盐酸溶液，溶解后用水稀释至 100 mL，避光保存。

6.2.5 铁（Fe）标准溶液：1 mg/mL。

6.2.6 铁（Fe）标准溶液：50 μg/mL。

量取 5.00 mL 铁标准溶液（见 6.2.5），置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.3 仪器设备

分光光度计：具有 1 cm 比色皿。

6.4 试验步骤

6.4.1 工作曲线的绘制

6.4.1.1 取 5 只 100 mL 容量瓶，分别加入铁标准溶液（见 6.2.6）0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL。

6.4.1.2 对每只容量瓶中的溶液做下述处理：加水至约 25 mL，用盐酸溶液调节至 pH 为 2（用精密 pH 试纸检查），加入 1 mL 抗坏血酸溶液、20 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液，5 min 后加入 10 mL 1,10-菲啰啉盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀，放置 15 min 后显色。以不加铁标准溶液的空白溶液作参比，用 1 cm 比色皿，于波长 510 nm 处，用分光光度计测定上述溶液的吸光度。

6.4.1.3 以上述溶液中铁的质量（单位为微克）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。

6.4.2 测定

量取一定量的试料溶液，使其相应的铁的质量为 50 μg~200 μg。置于 100 mL 容量瓶中，按 6.4.1.2 的规定操作。根据试液的吸光度值从工作曲线上查得相应的铁的质量或用线性回归方程计算出铁的质量。

6.5 试验数据处理

铁 (Fe) 质量分数 w_2 ，按公式 (2) 计算：

$$w_2 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0 (V/250)} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m ——从工作曲线上查得的或用线性回归方程计算出的铁的质量的数值，单位为微克 (μg)；

m_0 ——试料的质量的数值，单位为克 (g)；

V ——分取试料的体积的数值，单位为毫升 (mL)。

取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 0.20 %。

7 铜 (Cu) 质量分数的测定

7.1 原理

试料溶解于混酸，用原子吸收分光光度计，使用空气-乙炔火焰，于波长 324.8 nm 处测定试料溶液中铜的吸光度，用工作曲线法定量。共存元素对测定无干扰。

7.2 试剂

7.2.1 盐酸溶液：1+1。

7.2.2 铜 (Cu) 标准溶液：0.1 mg/L。

7.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：附有铜空心阴极灯。

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，分别加入铜标准溶液 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL。在每只容量瓶中各加入 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，以不加入铜标准溶液的空白溶液调零，于波长 324.8 nm 处测定溶液的吸光度。

7.4.1.3 以上述溶液中铜的浓度（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

量取一定量的试料溶液，使其相应的铜的质量为 100 μg~400 μg。置于 100 mL 容量瓶中，加入

2 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。按 7.4.1.2 的规定测定试液的吸光度。根据试液的吸光度值，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铜的浓度。

7.5 试验数据处理

铜 (Cu) 质量分数 w_3 ，按公式 (3) 计算：

$$w_3 = \frac{cV \times 10^{-6}}{m(V_0/250)} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (3)$$

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铜的浓度的数值，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；

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)；

V_0 ——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为测定结果，平行测定结果的相对偏差应不大于 10 %。

8 钙 (Ca) 质量分数的测定

8.1 原理

试料溶解于混酸，用原子吸收分光光度计，使用空气-乙炔火焰，于波长 422.7 nm 处测定试料溶液中钙的吸光度，用工作曲线法定量。共存元素铁、铜干扰测定，加入氯化镧溶液予以消除。

8.2 试剂

8.2.1 盐酸溶液：1+1。

8.2.2 氯化镧溶液：15 g/L。

8.2.3 钙标准溶液：0.1 mg/mL。

8.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：附有钙空心阴极灯。

8.4 试验步骤

8.4.1 工作曲线的绘制

8.4.1.1 取 5 只 100 mL 容量瓶，分别加入钙标准溶液 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL。在每只容量瓶中各加入 2 mL 氯化镧溶液、2 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

8.4.1.2 按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加钙标准溶液的空白溶液调零，于波长 422.7 nm 处测定溶液的吸光度。

8.4.1.3 以上述溶液中钙的浓度（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。

8.4.2 测定

量取一定量的试料溶液，使其相应的钙的质量为 200 μg ~800 μg 。置于 100 mL 容量瓶中，加入

2 mL 氯化镧溶液、2 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。按 8.4.1.2 的规定测定溶液的吸光度。根据试液的吸光度值，从工作曲线上查得或通过回归方程式计算出被测溶液中钙的浓度。

8.5 试验数据处理

钙 (Ca) 质量分数 w_4 ，按公式 (4) 计算：

$$w_4 = \frac{cV \times 10^{-6}}{m(V_0/250)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

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钙的浓度的数值，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；

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)；

V_0 ——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为测定结果，平行测定结果的相对偏差应不大于 20 %。

9 镁 (Mg) 质量分数的测定

9.1 原理

试料溶解于混酸中，用原子吸收分光光度计，使用空气-乙炔火焰，于波长 285.2 nm 处测定试料溶液中镁的吸光度，用工作曲线法定量。共存元素铁、铜干扰测定，加入氯化镧溶液予以消除。

9.2 试剂

9.2.1 盐酸溶液：1+1。

9.2.2 氯化镧溶液：15 g/L。

9.2.3 镁标准溶液：0.1 mg/mL。

9.2.4 镁标准溶液：10 $\mu\text{g/mL}$ 。

量取 10.00 mL 镁标准溶液 (见 9.2.3)，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

9.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：附有镁空心阴极灯。

9.4 试验步骤

9.4.1 工作曲线的绘制

9.4.1.1 取 6 只 100 mL 容量瓶，分别加入镁标准溶液 (见 9.2.4) 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL。在每只容量瓶中各加入 2 mL 氯化镧溶液、2 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

9.4.1.2 按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加入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。

9.4.1.3 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。

9.4.2 测定

量取一定量的试料溶液，使其相应的镁的质量为 $10\ \mu\text{g}\sim 50\ \mu\text{g}$ 。置于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 氯化镧溶液、2 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。按 9.4.1.2 的规定测定溶液的吸光度。根据试液的吸光度，从工作曲线上查得或通过回归方程计算出被测溶液中镁的浓度。

9.5 试验数据处理

镁 (Mg) 质量分数 w_5 ，按公式 (5) 计算：

$$w_5 = \frac{cV \times 10^{-6}}{m(V_0/250)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

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镁的浓度的数值，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；

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)；

V_0 ——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为测定结果，平行测定结果的相对偏差应不大于 10 %。

10 钠 (Na) 质量分数的测定

10.1 原理

试料溶解于混酸，用原子吸收分光光度计，使用空气-乙炔火焰，于波长 589.0 nm 处测定试料溶液中钠的吸光度，以硝酸铯溶液作消电离剂，用工作曲线法定量。共存元素对测定无干扰。

10.2 试剂

10.2.1 盐酸溶液：1+1。

10.2.2 硝酸铯溶液：150 g/L。

10.2.3 钠标准溶液：0.1 mg/mL。

10.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：附有钠空心阴极灯。

10.4 试验步骤

10.4.1 工作曲线的绘制

10.4.1.1 取 5 只 100 mL 容量瓶，分别加入钠标准溶液 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL，在每只容量瓶中加入 2 mL 硝酸铯溶液、2 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

10.4.1.2 按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加入钠标准溶液的空白溶液调零，于波长 589.0 nm 处测定溶液的吸光度。

10.4.1.3 以上述溶液中钠的浓度（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。

10.4.2 测定

量取一定量的试料溶液，使其相应的钠的质量为 50 μg ~200 μg 。置于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 硝酸铯溶液、2 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。按 10.4.1.2 的规定测定溶液的吸光度。根据试液的吸光度值，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钠的浓度。

10.5 试验数据处理

钠 (Na) 质量分数 w_6 ，按公式 (6) 计算：

$$w_6 = \frac{cV \times 10^{-6}}{m(V_0/250)} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (6)$$

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钠的浓度的数值，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；

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)；

V_0 ——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为测定结果，平行测定结果的相对偏差应不大于 10 %。

11 钛 (Ti) 质量分数的测定

11.1 原理

在强酸溶液中，钛酰离子与过氧化氢形成稳定的黄色络合物，用分光光度法测定。共存元素铁对测定有干扰，可用试液作参比消除。

11.2 试剂

11.2.1 硫酸溶液：1+2。

11.2.2 过氧化氢溶液：1+9。

11.2.3 钛标准溶液：100 $\mu\text{g/mL}$ 。

11.3 仪器设备

分光光度计：具有 3 cm 比色皿。

11.4 试验步骤

11.4.1 工作曲线的绘制

11.4.1.1 取 6 只 100 mL 容量瓶，分别加入钛标准溶液 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL。在每只容量瓶中各加入 10 mL 硫酸溶液、20 mL 过氧化氢溶液，稀释至刻度，摇匀。

11.4.1.2 以不加钛标准溶液的空白溶液作参比，用 3 cm 比色皿，于波长 420 nm 处，用分光光度计测定上述溶液的吸光度。

11.4.1.3 以上述溶液中钛的质量（单位为微克）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。

11.4.2 测定

量取一定量的试料溶液，使其相应的钛的质量为 100 μg ~500 μg 。置于 100 mL 容量瓶中，向容量瓶中加入 10 mL 硫酸溶液、20 mL 过氧化氢溶液，稀释至刻度，摇匀。按 11.4.1.2 的规定测定试液的吸光度。根据试液的吸光度值，从工作曲线上查得相应的钛的质量或用线性回归方程计算出钛的质量。

11.5 试验数据处理

钛（Ti）质量分数 w_7 ，按公式（7）计算：

$$w_7 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0 (V/250)} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

m ——从工作曲线上查得的或用线性回归方程计算出的钛的质量的数值，单位为微克（ μg ）；

m_0 ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

V ——分取试料的体积的数值，单位为毫升（mL）。

取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 10 %。

中华人民共和国
化工行业标准

甲醇气相脱水制二甲醚催化剂活性试验方法、
锰系臭氧分解催化剂化学成分分析方法和活性试验方法
以及液化气中正构烯烃制异丁烯催化剂化学成分分析方法
(2018)

HG/T 5417~5420—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3½ 字数79.4千字

2019年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2549

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：50.00元

版权所有 违者必究

打印日期：2019年5月13日

