

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: 65356—2018

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

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

Analytical method of chemical components  
in liquefied gas catalyst for isomerization of butene

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、山东迅达化工集团有限公司。

本标准主要起草人：邹惠玲、范晓明、翟中华、李明、白亚昊、董海龙、胡文宾、陈延浩。



# 液化气中正构烯烃制异丁烯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

本标准规定了液化气中正构烯烃制异丁烯催化剂化学成分分析方法。

本标准适用于液化气中正构烯烃制异丁烯催化剂中二氧化硅 ( $\text{SiO}_2$ )、三氧化二铝 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )、钙 (Ca)、镁 (Mg)、钠 (Na)、铁 (Fe) 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 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、GB/T 603 的规定制备。凡是涉及到原子吸收分光光度法测定元素前处理玻璃容器均应在 20 % 硝酸溶液中浸泡 24 h 以上，并用去离子水充分洗净。

## 4 采样

### 4.1 实验室样品

按 GB/T 6679 的规定取得。

### 4.2 试样

将适量实验室样品混合均匀，用四分法分取约 10 g，用玛瑙研钵或磨样机研细，使试样全部通过 150  $\mu\text{m}$  试验筛（按照 GB/T 6003.1 中 R40/3 系列）。将磨好的试样置于称量瓶中，在 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。

注：粉碎试样所用的磨样机钢臼内部应干燥、清洁、无锈斑，粉碎试样前应用少量试样研磨清洗钢臼 3 次。

### 4.3 试料溶液的制备

#### 4.3.1 试剂

4.3.1.1 盐酸：优级纯。

4.3.1.2 硝酸：优级纯。

4.3.1.3 盐酸溶液：1+1。

#### 4.3.2 试验步骤

称取约 0.1 g 试样，精确至 0.000 1 g。置于 250 mL 烧杯中。在通风橱内，加入 10 mL 盐酸，加热至沸。取出，稍冷却后，加入 5 mL 硝酸，加热至近干。加入 10 mL 盐酸溶液，加热至沸。加入 30 mL 水，加热使盐类溶解。过滤至 250 mL 容量瓶中，用热水洗涤烧杯和残渣各 5 次~6 次，将洗液一并移入容量瓶中，冷却至室温后，稀释至刻度，摇匀。同时做试剂空白试验。

## 5 二氧化硅 (SiO<sub>2</sub>) 质量分数的测定

### 5.1 原理

试样用碳酸钠熔融后，经盐酸分解熔块，蒸发至湿润状，加入盐酸，溶液保持在一定的酸度，在 70 °C~80 °C 温度下用动物胶凝聚硅酸，析出沉淀，灼烧后，用氢氟酸灼烧处理，以称量法测定二氧化硅。

### 5.2 试剂

5.2.1 碳酸钠。

5.2.2 盐酸。

5.2.3 氢氟酸。

5.2.4 盐酸溶液：1+1。

5.2.5 动物胶（化学纯）溶液：10 g/L。

用时现配。

5.2.6 盐酸溶液：1+49。

5.2.7 硝酸银溶液：10 g/L。

5.2.8 硫酸溶液：1+1。

### 5.3 仪器设备

5.3.1 铂坩埚：30 mL~50 mL。

5.3.2 马弗炉：控温范围 950 °C~1 000 °C。

### 5.4 试验步骤

称取约 0.5 g 试样，精确至 0.000 1 g。置于盛有 6 g 碳酸钠的铂坩埚中，用细头玻璃棒混匀后，

用一小块定量滤纸擦净玻璃棒，将滤纸放入坩埚内，再盖上 2 g 碳酸钠，斜盖上坩埚盖，置于马弗炉中，由室温逐渐升温至 950 ℃，熔融 1 h。取出，冷却，用水冲洗坩埚底部，将坩埚和盖放入 250 mL 烧杯中，加入 30 mL~40 mL 盐酸溶液（见 5.2.4），加热。待熔块浸取完全后，用水洗净坩埚及盖，将烧杯放入水浴上，将此溶液蒸发至湿润状。然后加入 15 mL 盐酸，搅拌均匀，加热煮沸 1 min。取下，待溶液温度为 70 ℃~80 ℃时，加入 10 mL 动物胶溶液，充分搅拌后，保温 10 min。用热水稀释至 40 mL~50 mL，搅拌，用中速定量滤纸过滤，擦净烧杯，用热盐酸溶液（见 5.2.6）洗涤烧杯和沉淀各 4 次~6 次，每次用量 5 mL~10 mL，然后再用热水洗涤烧杯和沉淀，每次约 10 mL 水，洗涤至无氯离子（用硝酸银溶液检验）。

将沉淀连同滤纸一并放入铂坩埚中，置于垫有石棉网的电炉上，小心烘干，将滤纸灰化完全后，置于马弗炉中 950 ℃灼烧 1 h。取出稍冷，置于干燥器中冷却 30 min，称量。往铂坩埚中滴加数滴水润湿沉淀，加入 2 滴~3 滴硫酸溶液、10 mL~15 mL 氢氟酸，置于垫有石棉网的电炉上缓缓加热至蒸干，再将坩埚放入马弗炉中 950 ℃灼烧 1 h。取出稍冷，置于干燥器中冷却 30 min，称量。

## 5.5 试验数据处理

二氧化硅（SiO<sub>2</sub>）质量分数  $w_1$ ，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$m_1$ ——氢氟酸处理前坩埚和沉淀的质量的数值，单位为克（g）；

$m_2$ ——氢氟酸处理后坩埚和残渣的质量的数值，单位为克（g）；

$m$ ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

取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 0.3 %。

## 6 三氧化二铝（Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>）质量分数的测定

### 6.1 原理

在乙酸-乙酸钠缓冲溶液中，加入过量的乙二胺四乙酸二钠（EDTA），铁、铝等均生成络合物，过量的乙二胺四乙酸二钠（EDTA）先用硫酸铜标准滴定溶液滴定，然后加入适量的氟化钠置换出和铝络合的乙二胺四乙酸二钠（EDTA），再用硫酸铜标准滴定溶液滴定被置换出来的乙二胺四乙酸二钠（EDTA）。根据消耗的硫酸铜标准滴定溶液的体积，计算出催化剂试样中三氧化二铝质量分数。

### 6.2 试剂

6.2.1 氨水溶液：1+1。

6.2.2 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：pH≈4.4。

称取 100 g 无水乙酸钠，溶于水中，加入 200 mL 冰乙酸，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

6.2.3 氟化钠溶液：40 g/L。

称取 4 g 氟化钠，于 100 mL 水中溶解后静置，待不溶物沉淀后，将清液倒入聚乙烯塑料瓶中。

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

6.2.5 硫酸铜标准滴定溶液： $c(\text{CuSO}_4)=0.02 \text{ mol/L}$ 。

6.2.6 酚酞指示液：10 g/L。

6.2.7 4-(2-吡啶偶氮) 间苯二酚 (PAR) 指示液：1 g/L。

### 6.3 试验步骤

量取 10.00 mL 试料溶液，置于 250 mL 锥形瓶中。加入 10 mL~15 mL 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液、2 滴酚酞指示液，用氨水溶液中中和至刚变红色。加入 2 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液，用水稀释至约 50 mL，煮沸 2 min~3 min。冷却后，滴加 2 滴~5 滴 4-(2-吡啶偶氮) 间苯二酚 (PAR) 指示液，用硫酸铜标准滴定溶液滴定，溶液由黄色或绿色变为红色或紫色（此时不计数）。加入 10 mL 氟化钠溶液，煮沸。冷却后，再用硫酸铜标准滴定溶液滴定，溶液由绿色变为紫红色为终点，记录第二次滴定所消耗的硫酸铜标准滴定溶液的体积。

### 6.4 试验数据处理

三氧化二铝 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) 质量分数  $w_2$ ，按公式 (2) 计算：

$$w_2 = \frac{V_c M}{2000m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$V$ ——第二次滴定时硫酸铜标准溶液消耗的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

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

$M$ ——三氧化二铝的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) ( $M=101.96$ )；

$m$ ——分取试样的质量的数值，单位为克 (g)。

取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 0.3 %。

## 7 钙 (Ca) 质量分数的测定

### 7.1 原理

试样以混酸溶解，以铈、铜消除铝的干扰，使用空气-乙炔火焰原子吸收分光光度法，于波长 422.7 nm 处测定试样溶液中钙的吸光度，以工作曲线法定量。

### 7.2 试剂

7.2.1 硝酸铈溶液：5 mg/mL。

称取 2.500 g 光谱纯硝酸铈，置于烧杯中，加水溶解，移入 500 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

7.2.2 氧化铜溶液：1 mg/mL。

称取 0.250 g 光谱纯氧化铜，置于烧杯中，加入 10 mL 盐酸溶液 (1+1)，加热溶解，冷却后移入 250 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

7.2.3 钙 (Ca) 标准溶液：1 mg/mL。

7.2.4 钙 (Ca) 标准溶液：50  $\mu\text{g}$ /mL。

量取 5.00 mL 钙 (Ca) 标准溶液 (见 7.2.3)，置于 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

### 7.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：附有钙空心阴极灯。

## 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，分别加入钙（Ca）标准溶液（见 7.2.4）0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL。在每只容量瓶中各加入 1 mL 硝酸锶溶液、2 mL 氧化镧溶液，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，于波长 422.7 nm 处，以不加钙标准溶液的空白溶液调零，测定标准系列溶液的吸光度。

7.4.1.3 以上述标准系列溶液中钙的浓度为横坐标、对应的吸光度值为纵坐标，绘制工作曲线。

### 7.4.2 测定

7.4.2.1 量取 20.00 mL 试料溶液，置于 100 mL 容量瓶中，加入 1 mL 硝酸锶溶液、2 mL 氧化镧溶液，稀释至刻度，摇匀。按 7.4.1.2 的规定测定该溶液的吸光度，从工作曲线上查出被测溶液中钙的浓度。

7.4.2.2 按 7.4.2.1 步骤做试剂空白试验。

## 7.5 试验数据处理

钙（Ca）的质量分数  $w_3$ ，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{(c - c_0) \times 100 / 20 \times 250 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \% = \frac{(c - c_0) \times 1.25 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$c$ ——从工作曲线上查得的被测溶液中钙的浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$c_0$ ——从工作曲线上查得的空白溶液中钙的浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$m$ ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果，两次平行测定结果的相对偏差应不大于 10 %。

## 8 镁（Mg）质量分数的测定

### 8.1 原理

试样以混酸溶解，用锶、镧消除铝的干扰，采用空气-乙炔火焰原子吸收分光光度法测定，以工作曲线法定量。

### 8.2 试剂

#### 8.2.1 硝酸锶溶液：5 mg/mL。

称取 2.500 g 光谱纯硝酸锶，置于烧杯中，加水溶解，移入 500 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

#### 8.2.2 氧化镧溶液：1 mg/mL。

称取 0.250 g 光谱纯氧化镧，置于烧杯中，加入 10 mL 盐酸溶液（1+1），加热溶解，冷却后移入 250 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

### 8.2.3 镁 (Mg) 标准溶液: 1 mg/mL。

称取 0.250 g 在 850 °C 灼烧 1 h 的高纯氧化镁, 置于烧杯中, 加入 20 mL 盐酸溶液 (1+1) 溶解, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。储存于聚乙烯塑料瓶中。

### 8.2.4 镁 (Mg) 标准溶液: 40 μg/mL。

量取 10.00 mL 镁标准溶液 (见 8.2.3), 置于 250 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。

## 8.3 仪器设备

原子吸收分光光度计: 附有镁空心阴极灯。

## 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, 分别加入镁 (Mg) 标准溶液 (见 8.2.4) 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL。在每只容量瓶中各加入 1 mL 硝酸铈溶液、2 mL 氧化铜溶液, 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。

8.4.1.3 以上述溶液中镁的浓度为横坐标、对应的吸光度值为纵坐标, 绘制工作曲线。

### 8.4.2 测定

8.4.2.1 量取 20.00 mL 试料溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 加入 1 mL 硝酸铈溶液、2 mL 氧化铜溶液, 稀释至刻度, 摇匀。按 8.4.1.2 的规定测定该溶液的吸光度, 从工作曲线上查出被测溶液中镁的浓度。

8.4.2.2 按 8.4.2.1 步骤做试剂空白试验。

## 8.5 试验数据处理

镁 (Mg) 质量分数  $w_4$ , 按公式 (4) 计算:

$$w_4 = \frac{(c - c_0) \times 100 / 20 \times 250 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \% = \frac{(c - c_0) \times 1.25 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots (4)$$

式中:

$c$ ——从工作曲线上查得的被测溶液中镁的浓度的数值, 单位为微克每毫升 (μg/mL);

$c_0$ ——从工作曲线上查得的空白溶液中镁的浓度的数值, 单位为微克每毫升 (μg/mL);

$m$ ——试样的质量的数值, 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, 两次平行测定结果的相对偏差应不大于 10 %。

## 9 钠 (Na) 质量分数的测定

### 9.1 原理

试料溶解于混合酸, 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, 以硝酸铈溶液作消电离剂, 用工作曲线法定量。共存元素对测定无干扰。

## 9.2 试剂

9.2.1 盐酸（优级纯）溶液：1+1。

9.2.2 硝酸铯溶液：150 g/L。

9.2.3 钠（Na）标准溶液：0.1 mg/mL。

## 9.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：附有钠空心阴极灯。

## 9.4 试验步骤

### 9.4.1 工作曲线的绘制

9.4.1.1 取 5 只 100 mL 容量瓶，分别加入钠（Na）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 4 mL 盐酸溶液、2 mL 硝酸铯溶液，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，于波长 589.0 nm 处，以不加钠标准溶液的空白溶液调零，测定标准系列溶液的吸光度。

9.4.1.3 以上述标准系列溶液中钠的浓度为横坐标、对应的吸光度值为纵坐标，绘制工作曲线。

### 9.4.2 测定

9.4.2.1 量取 20.00 mL 试料溶液，置于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 硝酸铯溶液，用水稀释至刻度。按 9.4.1.2 的规定测定该溶液的吸光度，从工作曲线上查出被测溶液中钠的浓度。

9.4.2.2 按 9.4.2.1 步骤做试剂空白试验。

## 9.5 试验数据处理

钠（Na）质量分数  $w_5$ ，按公式（5）计算：

$$w_5 = \frac{(c - c_0) \times 100 / 20 \times 250 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \% = \frac{(c - c_0) \times 1.25 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

$c$ ——从工作曲线上查得的被测溶液中钠的浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$c_0$ ——从工作曲线上查得的空白溶液中钠的浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$m$ ——试样的质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果，两次平行测定结果的相对偏差应不大于 10 %。

## 10 铁（Fe）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 248.3 nm 处测定试料溶液中铁的吸光度，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（优级纯）溶液：1+1。

10.2.2 铁（Fe）标准溶液：0.1 mg/mL。

10.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：附有铁空心阴极灯。

10.4 试验步骤

10.4.1 标准曲线的绘制

10.4.1.1 取 5 只 100 mL 容量瓶，分别加入铁（Fe）标准溶液 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL。在每只容量瓶中加入 4 mL 盐酸，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，以不加入铁标准溶液的空白溶液调零，于波长 248.3 nm 处测定溶液的吸光度。以上述溶液中铁的浓度为横坐标、对应的吸光度值为纵坐标，绘制工作曲线。

10.4.2 测定

按 10.4.1.2 的规定测定试料溶液和试剂空白的吸光度，从工作曲线上查得被测溶液和试剂空白溶液中铁的浓度。

10.5 试验数据处理

铁（Fe）质量分数  $w_6$ ，按公式（6）计算：

$$w_6 = \frac{(c - c_0) \times 250 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

$c$ ——从工作曲线上查得的被测溶液中铁的浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$c_0$ ——从工作曲线上查得的空白溶液中铁的浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克（ $\text{g}$ ）。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果，两次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

