

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5579~5583—2019

对苯二甲酸加氢精制催化剂活性试验方法、
聚氧化乙烯催化剂化学成分分析方法和
活性试验方法、液化气中正构烯烃
制异丁烯催化剂活性试验方法
以及乙烯气相聚合催化剂
化学成分分析方法
(2019)

2019-12-24 发布

2020-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 5579—2019	对苯二甲酸加氢精制催化剂活性试验方法	(1)
HG/T 5580—2019	聚氧化乙烯催化剂化学成分分析方法	(9)
HG/T 5581—2019	聚氧化乙烯催化剂活性试验方法	(19)
HG/T 5582—2019	液化气中正构烯烃制异丁烯催化剂活性试验方法	(27)
HG/T 5583—2019	乙烯气相聚合催化剂化学成分分析方法	(37)

ICS 71. 100. 99
G 74

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5580—2019

聚氧化乙烯催化剂化学成分分析方法

Analytical method of chemical composition in polyoxyethylene catalyst

2019-12-24 发布

2020-07-01 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：上海化工研究院有限公司、东营众创能源科技股份有限公司、中石化南京化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：李美华、罗勇、储根初、雷龙梅、孔猛、乔新峰、潘洁、邱爱玲。

聚氧化乙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

本标准规定了聚氧化乙烯催化剂化学成分分析方法。

本标准适用于碱土金属氨钙系聚氧化乙烯催化剂中钙（Ca）、铁（Fe）、镁（Mg）和二氧化硅（SiO₂）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

本标准中所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和按 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

在手套箱内，将实验室样品混合均匀，用四分法分取约 10 g，在瓷研钵中破碎研细，再用四分法分取约 5 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，将称量瓶放入密封罐中密封保存，备用。

4.3 试料溶液的制备

4.3.1 试剂

4.3.1.1 硝酸。

4.3.1.2 盐酸。

4.3.1.3 高氯酸。

4.3.1.4 盐酸溶液：1+1。

4.3.2 操作步骤

4.3.2.1 试料溶液 A 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。在通风橱内，加入 20 mL 硝酸，盖上表面皿，置于可调温电炉上缓慢加热（保持微沸）至样品溶解成完全透明状。取下，冷却后，用水冲洗表面皿及烧杯内壁，转移至 250 mL 容量瓶中，用少量水冲洗烧杯 5 次~6 次，洗液并入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。过滤后，备用。该试料溶液用于钙（Ca）、铁（Fe）、镁（Mg）质量分数的测定。

4.3.2.2 沉淀试料 B 的制备

称取约 2.5 g 试样（精确至 0.000 1 g），置于 250 mL 烧杯中。在通风橱内，加入 20 mL 盐酸，盖上表面皿，置于可调温电炉上缓慢加热。待试料完全溶解后，用少量水冲洗表面皿及烧杯内壁，加入 20 mL 高氯酸，在电炉上加热蒸发至高氯酸冒白烟，继续蒸发至烧杯内溶液体积小于 10 mL（切勿蒸干）。取下，冷却后，加入 100 mL 沸水，加热煮沸使可溶性盐全部溶解。取下，用中速滤纸过滤，用热的盐酸溶液洗涤滤纸 5 次~6 次，再用温水洗涤滤纸 3 次~4 次至无氯离子，滤液和洗液收集于 250 mL 容量瓶中。保留滤纸上的沉淀试料 B，用于二氧化硅（SiO₂）质量分数的测定。

5 钙（Ca）质量分数的测定

5.1 原理

在溶液 pH 为 12~13 的条件下，以铬蓝黑 R 为指示剂，加入少量三乙醇胺掩蔽样品中的 Fe³⁺ 等干扰离子，用乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准溶液滴定试料中钙的含量。

5.2 试剂

5.2.1 三乙醇胺溶液：1+1。

5.2.2 氢氧化钠溶液：5 mol/L。

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

5.2.4 铬蓝黑 R 指示剂：200 g/L。

5.3 试验步骤

准确移取 20.0 mL 试料溶液 A 于 250 mL 锥形瓶中，依次加入 5 mL 三乙醇胺溶液、4 mL 氢氧化钠溶液、20 mL 蒸馏水、8 滴~10 滴铬蓝黑 R 指示剂，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纯蓝色为终点，记录乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液的用量。每份试样平行测定 3 次。

5.4 试验数据处理

钙质量分数 w_1 ，按公式（1）计算：

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

式中：

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

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

M ——钙的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=40.078$ ）；

m ——分取试料的质量的数值，单位为克（g）。

取 3 次平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的极差值应不大于 0.30%。

6 铁（Fe）质量分数的测定

6.1 原理

用原子吸收分光光度计，使用空气-乙炔火焰，在波长 248.3 nm 处测定试料溶液中的铁。用工作曲线法定量。

6.2 试剂

6.2.1 盐酸溶液：1+1。

6.2.2 铁标准溶液：0.1 mg/mL。

6.2.3 铁标准溶液：10 μg/mL。

量取 10.00 mL 铁标准溶液（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

原子吸收分光光度计：附有铁空心阴极灯。

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，分别加入铁标准溶液（见 6.2.3）0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL，在每只容量瓶中加入 1 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

6.4.1.2 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。

6.4.1.3 以上述溶液中铁的浓度（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，或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

6.4.2 测定

量取 5.00 mL 试料溶液 A，置于 100 mL 容量瓶中，加入 1 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。按 6.4.1.2 的规定测定溶液的吸光度值，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铁的浓度。

6.5 试验数据处理

铁质量分数 w_2 ，按公式（2）计算：

(15)

3

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

式中：

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

V ——试料溶液的体积的数值，单位为毫升（ mL ）；

m ——分取试料的质量的数值，单位为克（ g ）。

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测定值的算术平均值的 10%。

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。用工作曲线法定量。

7.2 试剂

7.2.1 盐酸溶液：1+1。

7.2.2 镁标准溶液：0.1 mg/mL。

7.2.3 镁标准溶液：10 $\mu\text{g/mL}$ 。

量取 10.00 mL 镁标准溶液（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

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 6 只 100 mL 容量瓶，分别加入镁标准溶液（见 7.2.3）0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL，在每只容量瓶中加入 1 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，或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

7.4.2 测定

量取 5.00 mL 试料溶液 A，置于 100 mL 容量瓶中，加入 1 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 ——从工作曲线上查得的或用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（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
- V ——试料溶液的体积的数值，单位为毫升（ mL ）；
- m ——分取试料的质量的数值，单位为克（ g ）。

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测定值的算术平均值的 10%。

8 二氧化硅（ SiO_2 ）质量分数的测定

8.1 原理

试料溶液中的硅经高氯酸脱水形成难溶性胶体硅酸，经过滤与其他可溶性干扰物质分离，灼烧后加入氢氟酸并加热，使硅成为四氟化硅挥发，差减量即为二氧化硅的质量。

8.2 试剂

8.2.1 氢氟酸。

8.2.2 硫酸溶液：1+1。

8.3 试验步骤

将 4.3.2.2 中过滤分离的沉淀试料 B 连同滤纸放入铂坩埚中，置于电炉上使滤纸烘干并焦化完全，再放入 $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 高温炉中灼烧 10 min。取出，稍冷，置于干燥器中冷却至室温。称量，精确至 0.000 1 g。反复灼烧至两次称量的差值不大于 $\pm 0.000\text{ }3\text{ g}$ 为止。

沿铂坩埚壁滴加 6 滴硫酸溶液、5 mL 氢氟酸，置于通风橱内的电炉上加热蒸干，再放入 $950\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 高温炉中灼烧 40 min。取出铂坩埚，稍冷，置于干燥器中冷却至室温。称量，精确至 0.000 1 g。反复称量，直至两次称量的差值不大于 $\pm 0.000\text{ }3\text{ g}$ 为止。

8.4 试验数据处理

二氧化硅质量分数 w_4 ，按公式（4）计算：

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- m_1 ——氢氟酸处理前沉淀和坩埚的质量的数值，单位为克（ g ）；
- m_2 ——氢氟酸处理后沉淀和坩埚的质量的数值，单位为克（ g ）；
- 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%。