

ICS 71. 100. 99
G 74; G 75

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5584~5587—2019

对苯二甲酸加氢精制催化剂、
钨基氨合成催化剂活性试验方法、
负载型氨合成催化剂化学成分分析方法
和加氢合成芳胺用催化剂
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 5584—2019	对苯二甲酸加氢精制催化剂	(1)
HG/T 5585—2019	钨基氨合成催化剂活性试验方法	(13)
HG/T 5586—2019	负载型氨合成催化剂化学成分分析方法	(25)
HG/T 5587—2019	加氢合成芳胺用催化剂化学成分分析方法	(35)

ICS 71. 100. 99
G 74

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5586—2019

负载型氨合成催化剂化学成分分析方法

Analytical method for determining chemical composition
in supported ammonia synthesis catalysts

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：中石化南京化工研究院有限公司、福州大学化肥催化剂国家工程研究中心、北京三聚环保新材料股份有限公司。

本标准主要起草人：邱爱玲、倪军、詹瑛瑛、赵文涛、孙国双、吴永涛、朱立忠。

负载型氨合成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

本标准规定了负载型氨合成催化剂化学成分分析方法。

本标准适用于负载型氨合成催化剂中钌（Ru）、锌（Zn）、钾（K）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 30 g，用钢臼砸碎研细。再用四分法分取约 15 g，用玛瑙研钵或磨样机研细，使试样全部通过 150 μm 试验筛（按照 GB/T 6003.1 中 R40/3 系列）。将磨好的试样放入称量瓶中，在 105 $^{\circ}\text{C}$ ～110 $^{\circ}\text{C}$ 干燥 3 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 氢氧化钾。

4.3.1.2 甘油。

4.3.1.3 硝酸。

4.3.1.4 盐酸。

4.3.1.5 甘油溶液：1+10。

4.3.1.6 硝酸溶液：1+1。

4.3.2 试验步骤

4.3.2.1 试料溶液 A 的制备

称取约 0.1 g 试样，精确至 0.000 1 g。置于 50 mL 镍坩埚中，加入 1.0 g 氢氧化钾，搅匀。置于马弗炉内，于 $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧 6 h。取出，冷却，加水溶解。将坩埚置于 400 mL 高型烧杯中，加入约 30 mL 去离子水使坩埚内熔块全部溶解，再用约 30 mL 去离子水多次清洗坩埚和盖，洗液并入烧杯中。将烧杯中的溶液在搅拌下逐滴加入至含有 10 mL 甘油溶液的 250 mL 锥形瓶中，加入完毕后，用去离子水洗涤烧杯，洗涤液转入锥形瓶中，搅拌 10 min。将锥形瓶中的溶液在搅拌下逐滴加入至含有 20 mL 硝酸溶液的烧杯中，溶液冷却后，转移至 250 mL 容量瓶中，用去离子水稀释至刻度，摇匀。此为试料溶液 A，该溶液用于钌（Ru）和锌（Zn）质量分数的测定。

4.3.2.2 试料溶液 B 的制备

称取约 0.1 g 试样，精确至 0.000 1 g。加入至微波消解罐中，加入 2 mL 硝酸、6 mL 盐酸，于 $190\text{ }^{\circ}\text{C}$ 微波消解 30 min。溶液降温冷却后，过滤洗涤，转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。此为试料溶液 B，该溶液用于钾（K）质量分数的测定。

5 钌（Ru）质量分数的测定

5.1 原理

用电感耦合等离子体发射光谱仪，使用高纯氩气火焰，于波长 240.27 nm 处测定试料溶液中的钌，用标准曲线法定量。

5.2 试剂

5.2.1 硝酸溶液：1+30。

5.2.2 钌（Ru）标准溶液：1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。

持证标准溶液。

5.2.3 钌（Ru）标准溶液：100 $\mu\text{g/mL}$ 。

移取 10.00 mL 钌标准溶液（见 5.2.2），置于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。

5.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

5.4 试验步骤

5.4.1 工作曲线的绘制

5.4.1.1 取 6 只 100 mL 容量瓶，分别加入钌标准溶液（见 5.2.3）0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。

5.4.1.2 按仪器工作条件，用高纯氩气等离子体火炬，以不加入钌标准溶液的空白溶液调零，于波长 240.27 nm 处测定溶液的分析线信号强度。

5.4.1.3 以上述溶液中钌的浓度（单位为 $\mu\text{g/mL}$ ）为横坐标、钌的分析线信号强度值为纵坐标，绘制工作曲线。

5.4.2 测定

移取 10.00 mL 试料溶液 A 于 50 mL 容量瓶中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。按 5.4.1.2 的规定测定试料溶液中钌的分析线信号强度，从工作曲线上查出被测溶液中钌的浓度。

5.5 试验数据处理

钌（Ru）质量分数 w_1 ，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{cV \times 10^{-6}}{mV_0/250} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c ——试料溶液中钌的浓度的数值，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）；

V_0 ——分取试料溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）。

计算结果保留至小数点后 2 位。

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测定值的算术平均值的 3.0%。

6 锌（Zn）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，使用高纯氩气火焰，于波长 213.85 nm 处测定试料溶液中的锌，用标准曲线法定量。

6.2 试剂

6.2.1 硝酸溶液：1+30。

6.2.2 锌（Zn）标准溶液：1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。

持证标准溶液。

6.2.3 锌（Zn）标准溶液：100 $\mu\text{g/mL}$ 。

移取 10.00 mL 锌标准溶液（见 6.2.2），置于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。

6.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

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，分别加入锌标准溶液（见 6.2.3）0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。

6.4.1.2 按仪器工作条件，用高纯氩气等离子体火炬，以不加入锌标准溶液的空白溶液调零，于波长 213.85 nm 处测定溶液的分析线信号强度。

6.4.1.3 以上述溶液中锌的浓度（单位为 $\mu\text{g/mL}$ ）为横坐标、锌的分析线信号强度值为纵坐标，绘制工作曲线。

6.4.2 测定

移取 50.00 mL 试料溶液 A 于 50 mL 容量瓶中，按 6.4.1.2 的规定测定试料溶液中锌的分析线信号强度，从工作曲线上查出被测溶液中锌的浓度。

6.5 试验数据处理

锌（Zn）质量分数 w_2 ，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{cV \times 10^{-6}}{mV_0/250} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c ——试料溶液中锌的浓度的数值，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）；

V_0 ——分取试料溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）。

计算结果保留至小数点后 2 位。

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测定值的算术平均值的 3.0%。

7 钾（K）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，使用高纯氩气火焰，于波长 766.49 nm 处测定试料溶液中的钾，用标准曲线法定量。

7.2 试剂

7.2.1 硝酸溶液：1+30。

7.2.2 钾（K）标准溶液：1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。

持证标准溶液。

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

量取 10.00 mL 钾标准溶液 (见 7.2.2), 置于 100 mL 容量瓶中, 用硝酸溶液稀释至刻度, 摇匀。

7.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

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, 分别加入钾标准溶液 (见 7.2.3) 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL, 用硝酸溶液稀释至刻度, 摇匀。

7.4.1.2 按仪器工作条件, 用高纯氩气等离子体火炬, 以不加入钾标准溶液的空白溶液调零, 于波长 766.49 nm 处测定溶液的分析线信号强度。

7.4.1.3 以上述溶液中钾的浓度 (单位为 $\mu\text{g/mL}$) 为横坐标、钾的分析线信号强度值为纵坐标, 绘制工作曲线。

7.4.2 测定

量取 10.00 mL 试料溶液 B 于 50 mL 容量瓶中, 用硝酸溶液稀释至刻度, 摇匀。按 7.4.1.2 的规定测定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钾的浓度。

7.5 试验数据处理

钾 (K) 质量分数 w_3 , 按公式 (3) 计算:

$$w_3 = \frac{cV \times 10^{-6}}{mV_0/100} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

c ——试料溶液中钾的浓度的数值, 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);

V_0 ——分取试料溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL)。

计算结果保留至小数点后 2 位。

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测定值的算术平均值的 3.0%。