

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5594—2019

---

### 石油炼制催化剂中碳和硫的测定 高频燃烧红外吸收法

Determination of carbon and sulfur in petroleum refining catalysts—  
High frequency combustion with infrared absorption method

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：中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院、中石化南京化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：包世星、李瑞峰、王斯晗、王伟众、刘卫东、曲家波、袁宗胜、梁立伟、刘丽君、赵铁凯、邱爱玲。

## 石油炼制催化剂中碳和硫的测定 高频燃烧红外吸收法

**警示**——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

本标准规定了高频燃烧红外吸收法测定石油炼制催化剂中碳和硫。

本标准适用于石油炼制催化剂中碳和硫质量分数的测定。测定范围（质量分数）：碳 0.080%～11.260%，硫 0.110%～7.810%。

### 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 6678 化工产品采样总则

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

### 3 方法概要

试样于高频感应炉的氧气流中加热燃烧或高温分解，生成的二氧化碳（或一氧化碳）、二氧化硫由氧气载至红外线分析器的测量室，二氧化碳（或一氧化碳）、二氧化硫吸收某特定波长的红外光，其吸光度与其质量分数成正比，根据检测器接受能量的变化可测得碳和硫质量分数。

### 4 试剂或材料

4.1 碳酸钙：99.99%（质量分数）。

4.2 硫酸钡：99.99%（质量分数）。

4.3 中性氧化铝：99.99%（质量分数）。

4.4 二氧化硫和二氧化碳干燥剂。

4.5 钨粒：碳小于0.002%（质量分数），硫小于0.0005%（质量分数）。

4.6 纯铁助熔剂：碳小于0.002%（质量分数），硫小于0.0005%（质量分数）。

4.7 氧气：99.99%（体积分数）。

### 5 仪器设备

5.1 红外碳硫分析仪：配置有载气或反应气系统、高频感应炉、控制系统、测量系统等。碳和硫最

低检测含量为 0.001%（质量分数）。推荐操作条件见表 1。

表 1 仪器操作条件

项 目	指 标
氧气输入压力/MPa	0.28
载氧压力/MPa	0.08
顶氧流量/(L/min)	1.5
分析气流量/(L/min)	3.0
燃烧时间/s	50

5.2 箱式电阻炉：额定温度 1 000 ℃。

5.3 红外干燥箱：额定温度 300 ℃，额定功率 2 kW。

5.4 电子分析天平：感量 0.1 mg。

## 6 采样

### 6.1 实验室样品

按 GB/T 6678、GB/T 6679 的规定取得。

### 6.2 试样

称取约 10 g 样品，置于玛瑙研钵中研磨、混匀，用 160 μm 试验筛（按照 GB/T 6003.1 中 R40/3 系列）筛分。取 5 g 筛下物，置于称量瓶中，于 200 ℃±2 ℃干燥至恒量。取出，放入干燥器内，冷却至室温，备用。

### 6.3 试料

碳测定：称取 0.100 0 g±0.010 g 试样，精确至 0.000 1 g，备用。

低硫（质量分数小于等于 1.000%）测定：称取 0.030 0 g±0.001 0 g 试样，精确至 0.000 1 g，备用。

高硫（质量分数大于 1.000%）测定：称取 0.010 0 g±0.001 0 g 试样，精确至 0.000 1 g，备用。

## 7 试验步骤

### 7.1 标准系列配制

根据石油炼制催化剂中碳和硫实际测定的需要，分别选择碳酸钙和硫酸钡，并于其中添加一定量的中性氧化铝（碳酸钙、硫酸钡和中性氧化铝于 200 ℃±2 ℃干燥 2 h，干燥器中冷却），采用玛瑙研钵湿法研磨、混合均匀，制备成碳标样和硫标样。推荐的标样见表 2、表 3 和表 4。

表 2 碳标样

编号	碳质量分数/%	氧化铝质量/g	碳酸钙质量/g	总质量/g
1	0.114	9.861 6	0.094 6	9.956 2
2	0.541	9.647 1	0.455 4	10.102 5
3	2.396	8.091 4	2.018 6	10.110 0
4	5.059	5.929 4	4.321 6	10.251 0
5	12.000	碳酸钙标样可以直接使用		

表 3 低硫标样

编号	硫质量分数/%	氧化铝质量/g	硫酸钡质量/g	总质量/g
1	0.098	9.885 5	0.071 2	9.956 7
2	0.505	9.751 6	0.372 9	10.124 5
3	1.018	9.272 5	0.743 7	10.016 2

表 4 高硫标样

编号	硫质量分数/%	氧化铝质量/g	硫酸钡质量/g	总质量/g
1	2.497	8.265 8	1.840 5	10.106 3
2	4.971	6.374 6	3.625 7	10.000 3
3	7.484	4.501 6	5.410 4	9.912 0
4	9.956	2.734 7	7.251 0	9.985 7

7.2 空白试样

将 0.5 g 纯铁助熔剂、1.5 g 钨粒置于坩埚中，按仪器工作条件，进行至少 3 次空白试验。

7.3 绘制工作曲线

将系列标样置于坩埚中，加入 0.5 g 纯铁助熔剂、1.5 g 钨粒，按仪器工作条件，测定二氧化碳（或一氧化碳）、二氧化硫的吸光度。以上述标样中碳、硫质量分数（以百分数表示）为纵坐标，二氧化碳（或一氧化碳）、二氧化硫的吸光度值为横坐标，绘制工作曲线。

7.4 测定

将催化剂试样（见 6.3）置于坩埚中，加入 0.5 g 纯铁助熔剂和 1.5 g 钨粒，按仪器工作条件，测定二氧化碳（或一氧化碳）、二氧化硫的吸光度。从工作曲线上查出被测试料中碳或硫质量分数。

8 试验数据处理

根据吸光度与碳、硫质量分数的关系，直接从工作曲线上得出试料中碳、硫质量分数。  
取两次平行测定结果的算术平均值为分析结果。测定结果保留小数点后 3 位。

## 9 精密度

### 9.1 重复性

在重复性试验条件下，两次独立测定结果的绝对差值不大于表 5 中规定的数值（取最大值）。

### 9.2 再现性

在再现性试验条件下，两次独立测定结果的绝对差值不大于表 5 中规定的数值（取最大值）。

表 5 重复性和再现性

以%表示

项 目		重复性 ( $r$ )	再现性 ( $R$ )
碳质量分数	0.080~1.000	0.027	0.038
	1.000~11.260	0.288	0.579
硫质量分数	0.110~1.000	0.057	0.098
	1.000~7.810	0.484	0.701

## 10 试验报告

试验报告应包括下列信息：

- a) 测试实验室名称和地址；
- b) 试验报告发布日期；
- c) 本标准编号；
- d) 试样本身必要的详细说明；
- e) 分析结果；
- f) 标准样品名称和结果；
- g) 测定过程中存在的任何异常特性和在本标准中没有规定的可能对试样或标准样品的分析结果产生影响的任何操作。