

ICS 71. 100. 99

G 74

备案号: 63676—2018

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2781—2018

代替 HG/T 2781—2010

---

### 一氧化碳耐硫变换催化剂中 钴钼含量的测定

Determination of cobalt and molybdenum content  
in sulfur-tolerant carbon monoxide shift catalysts

2018-04-30 发布

2018-09-01 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。

本标准代替 HG/T 2781—2010《一氧化碳耐硫变换催化剂中钴钼含量的测定》。与 HG/T 2781—2010 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了规范性引用文件部分内容（见 2，2010 年版的 2）；
- 增加了中、高压耐硫变换催化剂试样的处理条件（见 4.2）；
- 增加了电感耦合等离子体发射光谱法（ICP 法）测定氧化钴、三氧化钼质量分数的方法（见 7）。

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、福州大学化肥催化剂国家工程研究中心、山东齐鲁科力化工研究院有限公司、湖北双雄催化剂有限公司、华烁科技股份有限公司。

本标准主要起草人：孙雪玲、曹彦宁、赵文涛、田力、马芳、程玉春、周志斌、张雄斌、李新怀。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HG/T 2781—1996；HG/T 2781—2010。

# 一氧化碳耐硫变换催化剂中钴钼含量的测定

**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

本标准规定了一氧化碳耐硫变换催化剂中的氧化钴和三氧化钼的测定方法。

本标准适用于钴钼系列的一氧化碳耐硫变换催化剂。

## 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 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

HG/T 2779 一氧化碳耐硫变换催化剂

## 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。试验中所用制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 603 的规定制备。

## 4 样品

### 4.1 实验室样品

按 HG/T 2779 的规定取得。

### 4.2 试样

#### 4.2.1 仪器设备

4.2.1.1 试验筛：150  $\mu\text{m}$ ，按照 GB/T 6003.1 中 R40/3 系列。

4.2.1.2 称量瓶：70 mm $\times$ 35 mm。

4.2.1.3 瓷坩埚：50 mL。

#### 4.2.2 操作步骤

将实验室样品混合均匀，用四分法分取约 40 g，在瓷研钵中破碎研细至粒径约 1 mm。再用四分法分取约 10 g，继续研细，使试样全部通过试验筛，置于称量瓶或者瓷坩埚中。对于一氧化碳低压耐硫变换催化剂，将试样在 105  $^{\circ}\text{C}$ ～110  $^{\circ}\text{C}$  的鼓风干燥箱中干燥 2 h，取出放入干燥器中，冷却至室温，

备用；对于一氧化碳中、高压耐硫变换催化剂，将试样在  $550\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$  的马弗炉中灼烧 2 h，取出放入干燥器中，冷却至室温，备用。

### 4.3 试料溶液的制备

#### 4.3.1 试剂

硫酸溶液：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，用少量水润湿，在通风橱内加入 10 mL 硫酸溶液，盖上表面皿，缓慢加热（保持微沸）至试料溶解完全。冷却后，用水冲洗表面皿和烧杯内壁。将溶液移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

## 5 氧化钴质量分数的测定——亚硝基-R 盐分光光度法（仲裁法）

### 5.1 原理

在 pH 值为 5.5~6.0 的酸性溶液中，在加热条件下，钴（II）与亚硝基-R 盐生成稳定的可溶性红色络合物，用分光光度计于波长 530 nm 处测定其吸光度，根据工作曲线或回归方程式计算出试液中氧化钴的质量。铁与显色剂生成的有色络合物对测定有干扰，加入硫酸予以消除。

### 5.2 试剂

#### 5.2.1 乙酸钠溶液：500 g/L。

过滤后使用。

#### 5.2.2 硫酸溶液：1+3。

#### 5.2.3 亚硝基-R 盐（1-亚硝基-2-萘酚-3,6-二磺酸钠）溶液：2 g/L。

过滤后贮于棕色瓶中。

#### 5.2.4 氧化钴（CoO）标准溶液：500 $\mu\text{g/mL}$ 。

将硫酸钴（ $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ）于  $500\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 550\text{ }^{\circ}\text{C}$  灼烧至恒量。称取 1.034 2 g 灼烧后的无水硫酸钴，置于 250 mL 烧杯中，加水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

#### 5.2.5 氧化钴（CoO）标准溶液：50 $\mu\text{g/mL}$ 。

量取 10.00 mL 氧化钴标准溶液（见 5.2.4），置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

### 5.3 仪器设备

分光光度计：具有 530 nm 波长。

### 5.4 试验步骤

#### 5.4.1 工作曲线的绘制

5.4.1.1 量取氧化钴标准溶液（见 5.2.5）0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL，分别置于 5 个 100 mL 烧杯中。

5.4.1.2 在上述溶液中加入 10 mL 乙酸钠溶液，边摇动边慢慢加入 5 mL 亚硝基-R 盐溶液，置沸水



浴中加热约 2 min。取出后，立即加入 5 mL 硫酸溶液，摇匀。冷却至室温后，将此溶液移入 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，放置 20 min。

**5.4.1.3** 以不加氧化钴标准溶液的空白溶液为参比，用 0.5 cm 比色皿，于波长 530 nm 处用分光光度计测定标准溶液系列的吸光度。

**5.4.1.4** 以上述溶液中氧化钴的质量为横坐标、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式。

#### 5.4.2 测定

量取一定量的试料溶液，使其相应的氧化钴质量为 50 μg~200 μg。置于 100 mL 烧杯中，后续操作按 5.4.1.2 的规定进行。

以不加氧化钴标准溶液的空白溶液为参比，用 0.5 cm 比色皿，于波长 530 nm 处用分光光度计测定溶液的吸光度。

从工作曲线上查出或通过回归方程式计算出被测溶液中氧化钴的质量。

#### 5.5 试验数据处理

氧化钴质量分数  $w_1$ ，按公式 (1) 计算：

$$w_1 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$m_1$ ——从工作曲线上查得或通过回归方程式计算出的氧化钴的质量的数值，单位为微克 (μg)；

$m$ ——分取试料的质量的数值，单位为克 (g)。

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 0.10 %。

### 6 三氧化钼质量分数的测定——硫氰酸盐分光光度法（仲裁法）

#### 6.1 原理

在硫酸介质中，用抗坏血酸将 6 价钼还原为 5 价钼，5 价钼与硫氰酸盐生成橙红色的络合物，用分光光度计于波长 465 nm 处测定其吸光度，根据工作曲线或回归方程式计算出试液中三氧化钼的质量。

3 价铁与硫氰酸盐生成血红色络合物，加入还原剂后 3 价铁被还原为 2 价铁，不影响测定。一定量铁的存在可使显色迅速完成，并且有助于钼保持在 5 价状态。

#### 6.2 试剂

**6.2.1** 磷酸。

**6.2.2** 硫酸溶液：1+2。

**6.2.3** 硫酸铁铵溶液：5 g/L。

每升溶液中含 50 mL 磷酸和 100 mL 硫酸溶液 (1+1)。

**6.2.4** 硫氰酸铵溶液：100 g/L。

**6.2.5** 抗坏血酸溶液：50 g/L。

用时现配。

**6.2.6 三氧化钼 (MoO<sub>3</sub>) 标准溶液: 500 μg/mL。**

称取 0.500 g 预先于 500 °C~550 °C 灼烧至恒量的三氧化钼, 置于 200 mL 烧杯中, 加入 100 mL 硫酸溶液 (1+1), 在通风橱内加热溶解后, 取下烧杯, 冷却, 加入少量水溶解盐类, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

**6.2.7 三氧化钼 (MoO<sub>3</sub>) 标准溶液: 50 μg/mL。**

量取 10.00 mL 三氧化钼标准溶液 (见 6.2.6), 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 465 nm 波长。

**6.4 试验步骤****6.4.1 工作曲线的绘制**

**6.4.1.1** 量取三氧化钼标准溶液 (见 6.2.7) 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL, 分别置于 5 只预先加入 10 mL 硫酸铁铵溶液的 50 mL 容量瓶中, 加入 9 mL 硫酸溶液, 冷却至室温, 再加入 10 mL 硫氰酸铵溶液、10 mL 抗坏血酸溶液, 每加一种试剂均需摇匀, 最后用水稀释至刻度, 摇匀, 放置 30 min。

**6.4.1.2** 以不加三氧化钼标准溶液的空白溶液为参比, 用 1 cm 比色皿, 于波长 465 nm 处用分光光度计测定标准溶液系列的吸光度。

**6.4.1.3** 以上述溶液中三氧化钼的质量为横坐标、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式。

**6.4.2 测定**

量取一定量的试料溶液, 使其相应的三氧化钼质量为 50 μg~200 μg。置于已预先加入 10 mL 硫酸铁铵溶液的 50 mL 容量瓶中, 后续操作按 6.4.1.1 中“加入 9 mL 硫酸溶液……摇匀, 放置 30 min。”的规定进行。

以不加三氧化钼标准溶液的空白溶液为参比, 用 1 cm 比色皿, 于波长 465 nm 处用分光光度计测定溶液的吸光度。

从工作曲线上查出或通过回归方程式计算出被测溶液中三氧化钼的质量。

**6.5 试验数据处理**

三氧化钼质量分数  $w_2$ , 按公式 (2) 计算:

$$w_2 = \frac{m_2 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$m_2$ ——从工作曲线上查得或通过回归方程式计算出的三氧化钼的质量的数值, 单位为微克 (μg);

$m$ ——分取试料的质量的数值, 单位为克 (g)。

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不大于 0.10 %。

## 7 氧化钴、三氧化钼质量分数的测定——电感耦合等离子体发射光谱法 (ICP 法)

### 7.1 原理

以高纯氩气为工作气,用电感耦合等离子体发射光谱仪,分别于波长 228.62 nm 和波长 202.03 nm 处测定试料溶液中的氧化钴和三氧化钼的分析线信号强度,用工作曲线法定量。

### 7.2 试剂

7.2.1 硫酸溶液:1+1。

7.2.2 氧化钴 (CoO) 标准溶液:50 μg/mL。

7.2.3 三氧化钼 (MoO<sub>3</sub>) 标准溶液:50 μg/mL。

### 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 标准曲线的绘制

7.4.1.1 取 6 只 50 mL 容量瓶,分别加入氧化钴标准溶液 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL,三氧化钼标准溶液 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL。在每个容量瓶中各加 2 mL 硫酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。对应标准溶液中氧化钴的浓度分别为 0 μg/mL、1 μg/mL、2 μg/mL、3 μg/mL、4 μg/mL、5 μg/mL,三氧化钼的浓度分别为 0 μg/mL、2 μg/mL、4 μg/mL、6 μg/mL、8 μg/mL、10 μg/mL。

7.4.1.2 按仪器工作条件,于波长 228.62 nm 处测定氧化钴标准溶液的分析线信号强度,于波长 202.03 nm 处测定三氧化钼标准溶液的分析线信号强度。

7.4.1.3 以上述溶液中氧化钴和三氧化钼的浓度(单位为微克每毫升)为横坐标、氧化钴和三氧化钼的分析线信号强度值为纵坐标,分别绘制工作曲线。

#### 7.4.2 测定

量取 5.00 mL 试料溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。后续操作按 7.4.1.2 的规定分别测定试料溶液中氧化钴和三氧化钼的分析线信号强度,从工作曲线上查出被测溶液中氧化钴和三氧化钼的浓度。

### 7.5 试验数据处理

氧化钴或三氧化钼质量分数  $w_3$ ,按公式(3)计算:

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

式中:

$c$ ——试料溶液中氧化钴或三氧化钼的浓度的数值,单位为微克每毫升 (μg/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作为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.20 %。

---