

ICS 71. 100. 99
G 74
备案号:41879—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4555—2013

化肥催化剂中微量氯分析方法

Analytical method of micro-chlorine in fertilizer catalyst

2013-10-17 发布

2014-03-01 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、山东省产品质量监督检验研究院。

本标准主要起草人：邱爱玲、孙雪玲、邹惠玲、夏攀登、陈洪金。

化肥催化剂中微量氯分析方法

安全提示——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,使用者应严格按照有关规定正确使用,并有责任采取适当的安全和健康措施。

1 范围

本标准规定了用离子色谱法和硫氰酸汞分光光度法测定化肥催化剂中微量氯的质量分数。

本标准适用于各类化肥催化剂中氯的质量分数在 0.001 %~0.15 % 的氯的测定。

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,仅所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 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 6678 化工产品采样总则

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

本标准中离子色谱法所用的水为电阻率值 $\geq 18 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 的纯水,其他方法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 中规定的二级水。试验中所用制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备。

4 采样

4.1 实验室样品

按照 GB/T 6678、GB/T 6679 中的规定采样。

4.2 试样

将化肥催化剂样品混合均匀,用四分法分取约 40 g,在瓷研钵中全部破碎研细,再用四分法分取约 20 g,继续研细至试样全部通过 150 μm 试验筛(符合 GB/T 6003.1 中 R40/3 系列),置于称量瓶中,备用。

5 离子色谱法

5.1 原理

根据样品中的各种离子对离子交换树脂相互亲和力的不同,在分离柱被分离成不连续的谱带,并依次被洗脱,将待测离子在色谱柱中的洗脱时间与对应的已知浓度的标准溶液的保留时间和峰面积进行比较,从而确定待测离子的准确数值。

5.2 试剂

5.2.1 氯标准溶液:0.1 mg/mL。

5.2.2 氯标准溶液:10 $\mu\text{g/mL}$ 。

量取氯标准溶液(5.2.1)10.00 mL,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

HG/T 4555—2013

5.3 仪器

离子色谱仪。

5.4 分析步骤

5.4.1 样品中氯的浸取

称取一定量试样(一氧化碳高温变换催化剂、脱硫剂约 0.5 g,一氧化碳低温变换催化剂、甲烷化催化剂约 1 g,甲醇合成催化剂、氨合成催化剂和天然气转化催化剂约 2 g),精确到 0.000 1 g,置于 150 mL 烧杯中,加水约 60 mL,盖上表面皿,在可调电炉上加热至微沸,并保持 30 min,用不含氯化物的滤纸(用煮沸 5 min 的纯水以倾泻法洗涤滤纸 10 遍,下同)以倾泻法将浸取液滤入 100 mL 容量瓶中,用热水将烧杯中的沉淀移到滤纸上,再用适量热水充分洗涤,待滤液冷却至室温后稀释至刻度,摇匀。

5.4.2 工作曲线的绘制

量取氯标准溶液(5.2.2)0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL,其相当于含氯 0 μg、20 μg、40 μg、60 μg、80 μg,分别置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

按照离子色谱操作规程开机,进行数据采集,待离子色谱基线平稳后,用微型注射器进样分析。

以上述标准溶液中已知氯的质量(单位为 μg)为横坐标,各个标准样中对应峰的峰面积为纵坐标,绘制工作曲线。

5.4.3 测定

当样品中氯的质量分数在 0.001 %~0.01 % 时,直接进样进行分析。当氯的质量分数大于 0.01 % 时,量取一定量的试样溶液,使其相应的氯质量在 20 μg~80 μg,置于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀后进样分析。测定试样中氯的峰面积。

从工作曲线查出被测溶液中氯的质量。

5.5 结果计算

氯的质量分数 w_1 ,按式(1)计算:

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

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的氯的质量的数值,单位为微克(μg);

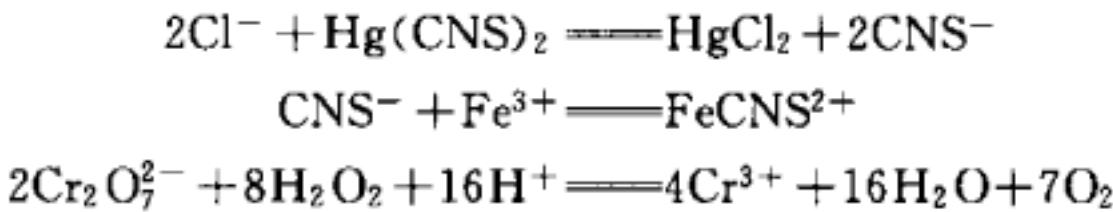
m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果,平行测定结果的相对偏差应≤20 %。

6 分光光度法

6.1 原理

在酸性溶液中,氯离子与硫氰酸汞反应生成解离度较小的二氯化汞,同时释放出定量的硫氰酸根。硫氰酸根与三价铁离子反应形成橙红色的硫氰酸铁络合物,利用测定硫氰酸根的量间接测出氯化物质量分数。试样中含有六价铬时,浸取液呈黄色,对氯的测定有干扰,可在酸性溶液中用过氧化氢将六价铬还原为三价以排除干扰,化学反应式如下:



6.2 试剂

6.2.1 硝酸溶液:1+1。

6.2.2 过氧化氢溶液:1+9。

6.2.3 硫氰酸汞乙醇溶液:3 g/L。

称取 0.6 g 硫氰酸汞,溶于 200 mL 乙醇中,充分摇匀后储于棕色瓶中,静置 24 h 后备用,有沉淀或

者溶液浑浊时,需用不含氯化物的滤纸过滤,溶液清澈才能使用。

6.2.4 硫酸铁铵溶液:50 g/L。

称取 25 g 硫酸亚铁铵,溶于 100 mL 水中,加 190 mL 硝酸(6.2.1)后煮沸,使亚铁全部氧化,并除尽氮的氧化物,冷却,用水稀释至 500 mL。必要时用不含氯的滤器过滤。

6.2.5 氯标准溶液:0.1 mg/mL。

6.2.6 氯标准溶液:10 μ g/mL。

量取氯标准溶液(6.2.5)10.00 mL,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.3 仪器

分光光度计,具 5 cm 比色皿。

6.4 分析步骤

6.4.1 试样中氯的浸取方法

6.4.1.1 一氧化碳低温变换催化剂、甲醇合成催化剂、甲烷化催化剂和脱硫剂中氯的浸取方法

称取一定量试样(脱硫剂约 0.5 g,一氧化碳低温变换催化剂、甲烷化催化剂约 1 g,甲醇合成催化剂约 2 g),精确到 0.000 1 g,置于 150 mL 烧杯中,加水约 60 mL,盖上表面皿,在可调电炉上加热至微沸,并保持 30 min,用不含氯化物的滤纸以倾泻法将浸取液滤入 100 mL 容量瓶中,用热水将烧杯中的沉淀移到滤纸上,再用适量热水充分洗涤,待滤液冷却至室温后稀释至刻度,摇匀。

6.4.1.2 氨合成催化剂和天然气转化催化剂中氯的浸取方法

称取约 2 g 试样,精确到 0.000 1 g,置于 150 mL 烧杯中,加水约 60 mL,盖上表面皿,加热至微沸,用硝酸溶液(6.2.1)调节溶液 pH 值至 7,保持微沸 30 min,用不含氯化物的滤纸(天然气转化催化剂如难以过滤时,可用离心分离)以倾泻法将浸取液滤入 100 mL 容量瓶中。用热水将烧杯中的沉淀移到滤纸上,再用适量热水充分洗涤,待滤液冷却至室温后稀释至刻度,摇匀。

6.4.1.3 高温变换催化剂中氯化物的浸取方法

称取约 0.5 g 试样,精确到 0.000 1 g,置于 150 mL 烧杯中,加水约 60 mL,盖上表面皿,加热至微沸,并保持 30 min,用不含氯化物的滤纸以倾泻法将浸取液滤入 100 mL 容量瓶中,烧杯中沉淀用少量热水洗涤两次,洗液滤入上述容量瓶中。再用热水将烧杯中沉淀移到滤纸上,用适量热水充分洗涤,趁热(约 40 $^{\circ}$ C)在盛浸取液的容量瓶中加入硝酸溶液(6.2.1)2 mL 和过氧化氢溶液(6.2.2)4 mL,摇匀,冷却至室温后用水稀释至刻度,摇匀。

6.4.2 试样中氯的测定

6.4.2.1 标准工作曲线的绘制

量取氯标准溶液(6.2.6)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL,分别放入 50 mL 容量瓶中,加水至约 25 mL,摇匀,依次加入 5 mL 硫酸铁铵溶液(6.2.4)和 2.5 mL 硫氰酸汞乙醇溶液(6.2.3),用水稀释至刻度,摇匀后,放置 10 min,在 460 nm 波长处,用 5 cm 比色皿以空白为参比,测出标准系列的吸光度。

以上述标准溶液中已知氯的质量(单位为 μ g)为横坐标,各个标准样的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.4.2.2 样品测定

量取浸取液 25.00 mL(一氧化碳低温变换催化剂、甲醇合成催化剂、甲烷化催化剂和脱硫剂从 6.4.1.1 中吸取,氨合成催化剂和天然气转化催化剂从 6.4.1.2 中吸取,一氧化碳高温变换催化剂从 6.4.1.3 中吸取),置于 50 mL 容量瓶中,依次加入 5 mL 硫酸铁铵溶液(6.2.4)和 2.5 mL 硫氰酸汞乙醇溶液(6.2.3),用水稀释至刻度,摇匀后,放置 10 min,在 460 nm 波长处,用 5 cm 比色皿以空白为参比,测出样液的吸光度。

根据样品溶液的吸光度从标准工作曲线上查出样液中氯的质量。

6.5 计算

HG/T 4555—2013

氯的质量分数 w_2 ,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的氯质量的数值,单位为微克(μg);

m_0 ——试料质量的数值,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 $\leq 20\%$ 。

中 华 人 民 共 和 国
化 工 行 业 标 准
化 肥 催 化 剂 中 微 量 氯 分 析 方 法

HG/T 4555 2013

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）

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$ 字数9千字

2014年2月北京第1版第1次印刷

书号：155025·1659

BZ002103079



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：10.00 元

版权所有 违者必究