

ICS 71. 100. 99  
G 74  
备案号：56393—2016

HG

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5032—2016

## 活性炭载碱脱硫剂化学成分分析方法

Analytical method of chemical composition for activated carbon  
with alkali desulfurization sorbent

2016-10-22 发布

2017-04-01 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、四川天一科技股份有限公司。

本标准主要起草人：贺艳、贺承国、邱爱玲、罗天才、杨建国、曾飞。

# 活性炭载碱脱硫剂化学成分分析方法

**警告——**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

本标准规定了活性炭载碱脱硫剂化学成分分析方法。

本标准适用于天然气、炼厂气、液化石油气、催化汽油以及轻质油品的脱硫精制用活性炭载碱脱硫剂中氧化钠（ $\text{Na}_2\text{O}$ ）、氧化钾（ $\text{K}_2\text{O}$ ）、氧化钙（ $\text{CaO}$ ）、氧化镁（ $\text{MgO}$ ）、铁（ $\text{Fe}$ ）、二氧化硅（ $\text{SiO}_2$ ）和烧失量质量分数的测定。

## 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 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、GB/T 603 的规定制备。

## 4 采样

### 4.1 实验室样品

按 GB/T 6679 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 40 g，在瓷研钵中破碎研细。再用四分法分取约 20 g，继续研细至试样全部通过 150  $\mu\text{m}$  试验筛（符合 GB/T 6003.1 中 R40/3 系列）。置于称量瓶中，于 105  $^{\circ}\text{C}$  ~ 110  $^{\circ}\text{C}$  干燥至恒量。取出，放入干燥器内，冷却至室温，备用。

## HG/T 5032—2016

## 4.3 试料溶液的制备

## 4.3.1 试剂

4.3.1.1 盐酸。

4.3.1.2 高氯酸。

4.3.1.3 硝酸。

4.3.1.4 无水碳酸钠。

4.3.1.5 盐酸溶液：1+1。

## 4.3.2 操作步骤

## 4.3.2.1 试液 A 的制备

称取约 2.0 g 试样，精确至 0.000 1 g。置于 250 mL 烧杯中，用水润湿。在通风橱内，加入 20 mL 高氯酸、20 mL 硝酸、10 mL 盐酸，盖上表面皿，缓慢加热至试液成完全透明状。取下，稍冷，向烧杯中补加 5 mL 盐酸，继续蒸发至白烟消失。取下，冷却，加水使盐类溶解。过滤转移至 250 mL 容量瓶中，用少量水冲洗烧杯壁 3 次~4 次，待容量瓶中溶液冷却至室温后，用水稀释至刻度，摇匀。保留滤纸上的沉淀 E，做二氧化硅质量分数的测定。

## 4.3.2.2 试液 B 的制备

称取约 0.2 g 试样，精确至 0.000 1 g。放入铂金坩埚内，置于高温炉中，于 850 °C 灰化 30 min。取出坩埚，冷却，加入 0.5 g 无水碳酸钠，再放入高温炉中，于 850 °C 熔融 30 min。取出坩埚，冷却，用 5 mL 盐酸溶液加热浸取熔块，将试液转移至 250 mL 容量瓶中。用少量水洗坩埚 5 次~6 次，洗液并入 250 mL 容量瓶中。待容量瓶中溶液冷却至室温后，用水稀释至刻度，摇匀。

5 氧化钠 ( $\text{Na}_2\text{O}$ ) 质量分数的测定——原子吸收分光光度法

## 5.1 原理

用原子吸收分光光度计，使用空气-乙炔火焰，于波长 589.0 nm 处测定试料溶液中的钠，用工作曲线法定量。共存元素对测定无干扰。用硝酸铯作消电离剂，消除电离干扰。

## 5.2 试剂

5.2.1 盐酸溶液：1+1。

5.2.2 硝酸铯溶液：100 g/L。

称取 100 g 硝酸铯，溶于少量水中，待完全溶解后用水稀释至 1 000 mL。

5.2.3 氧化钠 ( $\text{Na}_2\text{O}$ ) 标准溶液：1 mg/mL。

称取 1.886 g 于 500 °C~600 °C 灼烧至恒量的氯化钠，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。贮于聚乙烯瓶中。

5.2.4 氧化钠 ( $\text{Na}_2\text{O}$ ) 标准溶液：100  $\mu\text{g}$ /mL。

量取 10.00 mL 氧化钠标准溶液（见 5.2.3），置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

## 5.3 仪器

原子吸收分光光度计：附有钠空心阴极灯。

## 5.4 分析步骤

### 5.4.1 工作曲线的绘制

取 5 个 100 mL 容量瓶，分别加入氧化钠标准溶液（见 5.2.4）0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL。在每个容量瓶中各加 2 mL 硝酸铯溶液、2 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加入氧化钠标准溶液的空白溶液调零，于波长 589.0 nm 处测定溶液的吸光度。

以上述溶液中氧化钠的浓度（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。

### 5.4.2 测定

量取 5.00 mL 试料溶液 B，置于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 硝酸铯溶液，用水稀释至刻度，摇匀。按 5.4.1 中第二段的规定测定溶液的吸光度，从工作曲线上查出或用线性回归方程计算出被测溶液中氧化钠的浓度。

## 5.5 结果计算

氧化钠（Na<sub>2</sub>O）质量分数  $w_1$ ，按公式（1）计算：

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

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氧化钠的浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$m$ ——分取试样的质量的数值，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 %。

## 6 氧化钾（K<sub>2</sub>O）质量分数的测定——高氯酸钾重量法

### 6.1 原理

在试料溶液中加入高氯酸蒸发脱水，加入无水乙醇使钾生成高氯酸钾沉淀，而其他干扰物质生成的高氯酸盐不沉淀。沉淀经过过滤、洗涤、干燥及称量，即可求出氧化钾质量分数。为了消除沉淀剂中微量钾的影响，需同时进行空白试验。

### 6.2 试剂和材料

#### 6.2.1 高氯酸。

#### 6.2.2 饱和高氯酸钾乙醇溶液。

加 2.0 mL 高氯酸于 1 000 mL 无水乙醇中，加高氯酸钾至饱和状态，用前干过滤。

#### 6.2.3 玻璃过滤坩埚：G4 型号，孔径为 4 $\mu\text{m}$ ~7 $\mu\text{m}$ 。

### 6.3 分析步骤

量取 50.00 mL 试液 A，置于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 高氯酸，在沙浴（或可调温电炉）上加热蒸发至冒浓白烟 40 min，保持烧杯内溶液体积约 15 mL。取下，冷却至室温，加入 40 mL 饱和

## HG/T 5032—2016

高氯酸钾乙醇溶液，充分搅拌，放置 30 min。用已在 130 ℃～140 ℃烘至恒量的玻璃过滤坩埚抽滤，再用饱和高氯酸钾乙醇溶液洗涤沉淀 6 次，抽干。

将坩埚放入烘箱中，逐渐升温至 130 ℃～140 ℃，40 min 后取出，放入干燥器内，冷却至室温，称量。

## 6.4 结果计算

氧化钾 ( $K_2O$ ) 质量分数  $w_2$ ，按公式 (2) 计算：

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 0.3399}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$m_1$ ——烘至恒量的高氯酸钾沉淀的质量的数值，单位为克 (g)；

$m_0$ ——空白试验所得高氯酸钾沉淀的质量的数值，单位为克 (g)；

$m$ ——分取试样的质量的数值，单位为克 (g)；

0.3399——高氯酸钾换算为氧化钾的系数。

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 0.25 %。

## 7 氧化钙 (CaO) 质量分数的测定——原子吸收分光光度法

## 7.1 原理

用原子吸收分光光度计，使用空气-乙炔火焰，在波长 422.7 nm 处测定试料溶液中的钙。加入氯化锶，消除共存元素铁、铝、硅的干扰。

## 7.2 试剂

7.2.1 盐酸溶液：1+1。

7.2.2 氯化锶溶液 ( $SrCl_2 \cdot 6H_2O$ )：150 g/L。

7.2.3 氧化钙 (CaO) 标准溶液：1 mg/mL。

称取 1.785 g 于 105 ℃～110 ℃干燥至恒量的碳酸钙 ( $CaCO_3$ )，置于烧杯中，用水润湿，加入 20 mL 盐酸溶液，溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。贮于聚乙烯塑料瓶中。

7.2.4 氧化钙 (CaO) 标准溶液：100  $\mu$ g/mL。

量取 10.00 mL 氧化钙 (CaO) 标准溶液 (见 7.2.3)，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

## 7.3 仪器

原子吸收分光光度计：附有钙空心阴极灯。

## 7.4 分析步骤

## 7.4.1 工作曲线的绘制

取 6 个 100 mL 容量瓶，分别加入氧化钙 (CaO) 标准溶液 (见 7.2.4) 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL，各加 2 mL 氯化锶溶液、1 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加氧化钙 (CaO) 标准溶液的空白溶液调零，于波长 422.7 nm 处测定溶液的吸光度。

以上述溶液中氧化钙的浓度为横坐标、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 试液 B，置于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 氯化锶溶液，用水稀释至刻度，摇匀。按 7.4.1 中第二段的规定测定溶液的吸光度，从工作曲线上查得或通过回归方程计算出被测溶液中氧化钙的浓度。

#### 7.5 结果计算

氧化钙 (CaO) 质量分数  $w_3$ ，按公式 (3) 计算：

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

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氧化钙的浓度的数值，单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g/mL}$ )；

$m$ ——分取试样的质量的数值，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 0.002 0 %。

### 8 氧化镁 (MgO) 质量分数的测定——原子吸收分光光度法

#### 8.1 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。加入氯化锶，消除共存元素铁、铝、硅的干扰。

#### 8.2 试剂

8.2.1 盐酸溶液：1+1。

8.2.2 氯化锶溶液 ( $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )：150 g/L。

8.2.3 氧化镁 (MgO) 标准溶液：1 mg/mL。

称取 1.000 g 于 800 °C 灼烧至恒量的氧化镁 (MgO)，置于烧杯中，用水润湿。加入 20 mL 盐酸溶液，待溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。贮于聚乙烯塑料瓶中。

8.2.4 氧化镁 (MgO) 标准溶液：10  $\mu\text{g/mL}$ 。

量取 5.00 mL 氧化镁 (MgO) 标准溶液 (见 8.2.3)，置于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

#### 8.3 仪器

原子吸收分光光度计：附有镁空心阴极灯。

#### 8.4 分析步骤

##### 8.4.1 工作曲线的绘制

取 5 个 100 mL 容量瓶，分别加入氧化镁 (MgO) 标准溶液 (见 8.2.4) 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL，各加 2 mL 氯化锶溶液、1 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

## HG/T 5032—2016

按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加氧化镁（MgO）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。

以上述溶液中氧化镁的浓度为横坐标、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。

## 8.4.2 测定

量取 5.00 mL 试液 B，置于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 氯化锶溶液，用水稀释至刻度，摇匀。按 8.4.1 中第二段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氧化镁的浓度。

## 8.5 结果计算

氧化镁（MgO）质量分数  $w_4$ ，按公式（4）计算：

$$w_4 = \frac{c \times 100 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (4)$$

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氧化镁的浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$m$ ——分取试样的质量的数值，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，平行测定结果的相对偏差应不大于 10 %。

## 9 铁（Fe）质量分数的测定——1,10-菲啰啉分光光度法

## 9.1 原理

试料经高温灼烧灰化后，残渣溶解于盐酸中，以抗坏血酸还原溶液中的铁，在 pH 值为 2~6 的条件下 2 价铁离子与 1,10-菲啰啉反应生成橙色络合物，在波长 510 nm 处对此络合物做吸光度测定。

## 9.2 试剂

9.2.1 盐酸溶液：1+1。

9.2.2 氨水溶液：1+3。

9.2.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：pH $\approx$ 4.5。

9.2.4 抗坏血酸溶液：100 g/L。

9.2.5 1,10-菲啰啉盐酸溶液：1 g/L。

称取 0.1 g 1,10-菲啰啉，溶于少量水中，加入 0.5 mL 盐酸溶液，溶解后用水稀释至 100 mL，避光保存。

9.2.6 铁（Fe）标准溶液：0.1 mg/mL。

9.2.7 铁（Fe）标准溶液：10  $\mu\text{g/mL}$ 。

量取 10.00 mL 铁标准溶液（见 9.2.6），置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液使用时现配。

## 9.3 仪器

分光光度计：具有 3 cm 比色皿。



## 9.4 分析步骤

### 9.4.1 工作曲线的绘制

取 5 只 100 mL 容量瓶，分别加入铁 (Fe) 标准溶液 (见 9.2.7) 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL。对每只容量瓶中的溶液做下述处理：加水至约 25 mL，用盐酸溶液调至 pH 为 2 (用精密 pH 试纸试验)，加入 1 mL 抗坏血酸溶液和 20 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液，5 min 后加入 10 mL 1,10-菲啰啉盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀，放置不少于 15 min。

在波长 510 nm 处，用 3 cm 比色皿，以不加铁标准溶液的空白溶液作参比，用分光光度计测定上述溶液的吸光度。

以上述溶液中铁的质量为横坐标、对应的吸光度值为纵坐标绘制工作曲线，或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

### 9.4.2 测定

用移液管量取一定体积的试液 B，置于 100 mL 容量瓶中，使其相应的铁质量在  $10\ \mu\text{g}$ ~ $100\ \mu\text{g}$  之间。加水稀释至约 25 mL，用盐酸溶液或氨水溶液调 pH 值为 2 (用精密 pH 试纸试验)，然后按 9.4.1 中“加入 1 mL 抗坏血酸溶液……15 min”的步骤进行。

在波长 510 nm 处，用 3 cm 比色皿，以不加铁标准溶液的空白溶液作参比，用分光光度计测定试液的吸光度。

根据试液的吸光度值从工作曲线上查得或用线性回归方程计算出铁的质量。

## 9.5 结果计算

铁 (Fe) 质量分数  $w_5$ ，按公式 (5) 计算：

$$w_5 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

$m_1$ ——从工作曲线上查得的或用线性回归方程计算出的铁的质量的数值，单位为微克 ( $\mu\text{g}$ )；

$m$ ——分取试样的质量的数值，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 0.030 %。

## 10 二氧化硅 ( $\text{SiO}_2$ ) 质量分数的测定——重量法

### 10.1 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，通过称量氢氟酸处理前后坩埚的质量即可求出二氧化硅的质量。

### 10.2 试剂和材料

#### 10.2.1 氢氟酸。

#### 10.2.2 硫酸溶液：1+1。

#### 10.2.3 铂坩埚：容量为 30 mL。

### 10.3 分析步骤

将 4.3.2.1 中过滤分离的沉淀 E 连同滤纸放入铂坩埚中，先置于电炉上使滤纸烘干并焦化完全，

HG/T 5032—2016

再在 900 ℃ 高温炉中灼烧 1 h 至恒量，取出，置于干燥器中，冷却至室温，称量。

沿铂坩埚壁滴加 3 滴~4 滴硫酸溶液、5 mL 氢氟酸，置通风柜内的电炉上加热蒸干，然后置于 900 ℃ 高温炉中灼烧 30 min 至恒量，取出，置于干燥器中，冷却至室温，称量。

10.4 结果计算

二氧化硅 (SiO<sub>2</sub>) 质量分数  $w_6$ ，按公式 (6) 计算：

$$w_6 = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100 \% \dots\dots\dots (6)$$

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)；
- $m_0$  —— 试样的质量的数值，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 0.030 %。

11 烧失量质量分数的测定

11.1 原理

将盛有试料的瓷坩埚置于高温炉内，在一定温度下保持一定的时间，测定试料所失去的质量。

11.2 分析步骤

称取 1 g~2 g 原基试样，精确至 0.000 1 g。置于已预先在 800 ℃ 下灼烧至恒量的瓷坩埚中，将坩埚盖斜置于坩埚上，放在高温炉内，逐渐升温至 800 ℃，保持 1 h。取出坩埚，稍冷，放入干燥器中，冷却至室温，称量。

注：原基试样为 4.2 中不经 105 ℃~110 ℃干燥的试样。

11.3 结果计算

烧失量质量分数  $w_7$ ，按公式 (7) 计算：

$$w_7 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \% \dots\dots\dots (7)$$

式中：

- $m_1$  —— 灼烧前试料与坩埚的质量的数值，单位为克 (g)；
- $m_2$  —— 灼烧后试料与坩埚的质量的数值，单位为克 (g)；
- $m$  —— 试样的质量的数值，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 %。