

ICS 71. 100. 99  
G 74  
备案号: 56395—2016

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5034—2016

---

### 铂系苯加氢制环己烷催化剂 化学成分分析方法

Analytical method of chemical composition  
for platinum series catalysts gas phase benzene hydrogenation to cyclohexane

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、江苏省产品质量监督检验研究院、山东省产品质量检验研究院。

本标准主要起草人：叶红梅、潘虹、邱爱玲、张娟、高宏、孙长恩。

# 铂系苯加氢制环己烷催化剂化学成分分析方法

## 1 范围

本标准规定了铂系苯加氢制环己烷催化剂化学成分分析方法。

本标准适用于铂系苯加氢制环己烷催化剂中铂 (Pt)、氧化钠 ( $\text{Na}_2\text{O}$ )、三氧化二铁 ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )、烧失量以及水 ( $\text{H}_2\text{O}$ ) 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 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，在没有注明要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 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、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，备用。

## 5 试料溶液的制备

### 5.1 试剂

5.1.1 硫酸。

5.1.2 硝酸。

5.1.3 盐酸。

## HG/T 5034—2016

5.1.4 王水：由 1 体积硝酸和 3 体积盐酸混合而成。

### 5.2 操作步骤

称取约 0.25 g 试样（见 4.2），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 5 mL 硫酸、8 mL 王水，加热至刚冒白烟为止。取下烧杯，稍冷，用水冲洗表面皿和烧杯内壁，稀释至约 50 mL，摇匀，加热至微沸。待烧杯中溶液冷却至室温后，移入 100 mL 容量瓶中，用水冲洗烧杯 3 次~4 次，用水稀释至刻度，摇匀。必要时干过滤。

## 6 铂（Pt）质量分数的测定

### 6.1 原理

用电感耦合等离子发射光谱仪，使用高纯氩气，于波长 214.42 nm 处测定试料溶液中的铂，用工作曲线法定量。

### 6.2 试剂

6.2.1 硫酸。

6.2.2 三氧化二铝溶液：16.5 g/L。

称取 1.65 g 三氧化二铝于 250 mL 烧杯中，加入 10 mL 水润湿，再加入 30 mL 硫酸，在电热板上加热至刚好冒烟为止，加水至约 100 mL，再加热煮沸 1 min，过滤，冷却，摇匀，备用。

6.2.3 铂标准溶液：1 mg/mL。

6.2.4 铂标准溶液：100  $\mu$ g/mL。

量取 10.00 mL 铂标准溶液（见 6.2.3），置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

### 6.3 仪器

电感耦合等离子发射光谱仪。

### 6.4 分析步骤

#### 6.4.1 工作曲线的绘制

取 6 只 100 mL 容量瓶，分别加入铂标准溶液（见 6.2.4）0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL。在每个容量瓶中分别加入 15 mL 三氧化二铝溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

按仪器工作条件，用高纯氩气等离子体火炬，以不加入铂标准溶液的空白溶液调零，于波长 214.42 nm 处测定溶液的分析线信号强度。

以上述溶液中铂的浓度（单位为微克每毫升）为横坐标、铂的分析线信号强度值为纵坐标，绘制工作曲线。

#### 6.4.2 测定

按 6.4.1 中第二段的规定测定试料溶液（见 5.2）中铂的分析线信号强度，从工作曲线上查出被测溶液中铂的浓度。

### 6.5 结果计算

铂（Pt）质量分数  $w_1$ ，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{\rho V \times 10^{-6}}{m(1-w_4)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$\rho$ ——试料溶液中铂的浓度的数值，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（ $\text{mL}$ ）；

$m$ ——试样的质量的数值，单位为克（ $\text{g}$ ）；

$w_4$ ——烧失量质量分数。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.01 %。

## 7 氧化钠（ $\text{Na}_2\text{O}$ ）质量分数的测定

### 7.1 原理

用电感耦合等离子发射光谱仪，使用高纯氩气火焰，于波长 589.59 nm 处测定试料溶液中的氧化钠，用工作曲线法定量。

### 7.2 试剂

7.2.1 盐酸溶液：1+1。

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

称取 1.886 g（精确至 0.000 1 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。

7.2.3 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 7.2.2），置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

### 7.3 仪器

电感耦合等离子发射光谱仪。

### 7.4 分析步骤

#### 7.4.1 工作曲线的绘制

取 6 只 100 mL 容量瓶，分别加入氧化钠标准溶液（见 7.2.3）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 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

按仪器工作条件，用高纯氩气等离子体火炬，以不加入氧化钠标准溶液的空白溶液调零，于波长 589.59 nm 处测定标准溶液的分析线信号强度。

以上述溶液中氧化钠的浓度（单位为微克每毫升）为横坐标、钠的分析线信号强度值为纵坐标，绘制工作曲线。

#### 7.4.2 测定

按 7.4.1 中第二段的规定测定试料溶液（见 5.2）中钠的分析线信号强度，从工作曲线上查出被测溶液中氧化钠的浓度。

### 7.5 结果计算

氧化钠（ $\text{Na}_2\text{O}$ ）质量分数  $w_2$ ，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{\rho V \times 10^{-6}}{m(1-w_5)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

(17)

## HG/T 5034—2016

式中：

$\rho$ ——试料溶液中氧化钠的浓度的数值，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 ( $\text{mL}$ )；

$m$ ——试样的质量的数值，单位为克 ( $\text{g}$ )；

$w_5$ ——水质量分数。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.01 %。

## 8 三氧化二铁 ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) 质量分数的测定

### 8.1 原理

用电感耦合等离子发射光谱仪，使用高纯氩气火焰，于波长 259.94 nm 处测定试料溶液中的三氧化二铁，用工作曲线法定量。

### 8.2 试剂

8.2.1 盐酸溶液：1+1。

8.2.2 三氧化二铁 ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) 标准溶液：100  $\mu\text{g/mL}$ 。

称取 0.100 g (精确至 0.000 1 g) 于 900  $^{\circ}\text{C}$  灼烧至恒量的三氧化二铁，置于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 盐酸溶液，加热使之完全溶解，稍冷后移入 1 000 mL 容量瓶中，冷却至室温，用水稀释至刻度，摇匀。

### 8.3 仪器

电感耦合等离子发射光谱仪。

### 8.4 分析步骤

#### 8.4.1 标准曲线的绘制

取 5 只 100 mL 容量瓶，分别加入三氧化二铁标准溶液 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 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

按仪器工作条件，用高纯氩气等离子体火炬，以不加入三氧化二铁标准溶液的空白溶液调零，于波长 259.94 nm 处测定溶液的分析线信号强度。

以上述溶液中三氧化二铁的浓度 (单位为微克每毫升) 为横坐标、铁的分析线信号强度值为纵坐标，绘制工作曲线。

#### 8.4.2 测定

按 8.4.1 中第二段的规定测定试料溶液 (见 5.2) 中铁的分析线信号强度，从工作曲线上查出被测溶液中三氧化二铁的浓度。

### 8.5 结果计算

三氧化二铁 ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) 质量分数  $w_3$ ，按公式 (3) 计算：

$$w_3 = \frac{\rho V \times 10^{-6}}{m(1-w_5)} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$\rho$ ——试料溶液中三氧化二铁的浓度的数值，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）；  
 $m$ ——试样的质量的数值，单位为克（g）；  
 $w_5$ ——水质量分数。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.005 %。

9 烧失量质量分数的测定

9.1 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。

9.2 分析步骤

称取 1 g~2 g 试样，精确至 0.000 1 g。置于已预先在 500 ℃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 500 ℃，保持 2 h，然后取出坩埚，稍冷，放入干燥器中，冷却至室温，称量。

9.3 结果计算

烧失量质量分数  $w_4$ ，按公式（4）计算：

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$m_1$ ——灼烧前试样与坩埚的质量的数值，单位为克（g）；  
 $m_2$ ——灼烧后试样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 0.35 %。

10 水（H<sub>2</sub>O）质量分数的测定

10.1 原理

将试料在一定的温度下干燥至恒量，干燥前后试料质量之差即为催化剂中水的质量。

10.2 仪器

10.2.1 鼓风干燥箱：能控制温度在 105 ℃~110 ℃。

10.2.2 称量瓶：40 mm×25 mm。

10.3 分析步骤

称取 1 g~2 g 试样，精确至 0.000 1 g。置于已预先在 105 ℃~110 ℃恒量的称量瓶中，将称量瓶盖斜置于称量瓶上，放入鼓风干燥箱内，在 105 ℃~110 ℃干燥 2 h，然后取出称量瓶，放入干燥器中，盖好瓶盖，冷却 30 min，称量。

10.4 结果计算

水（H<sub>2</sub>O）质量分数  $w_5$ ，按公式（5）计算：

$$w_5 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \% \dots\dots\dots (5)$$

## HG/T 5034—2016

式中：

$m_1$ ——干燥前称量瓶和试样的质量的数值，单位为克（g）；

$m_2$ ——干燥后称量瓶和试样的质量的数值，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 0.20 %。

---