

ICS 71. 100. 99
G 74
备案号：56402—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5038—2016

雷尼镍催化剂化学成分分析方法

Analytical method of chemical composition for Raney nickel catalyst

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/TC105/SC1）归口。

本标准起草单位：南化集团研究院、鞍山市众力催化剂厂、江苏雷尼科技股份有限公司。

本标准主要起草人：邱爱玲、宋英廷、朱塞林、邵丽丽、岳大永。

雷尼镍催化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的安全和健康措施。

1 范围

本标准规定了雷尼镍催化剂化学成分分析方法。

本标准适用于雷尼镍催化剂中的镍、铝、钼质量分数的测定。

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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

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。试验中所用制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601 和 GB/T 603 的规定制备。

4 采样

4.1 实验室样品

按 GB/T 6679 的采样规定取得，所取实验室样品应保存在广口瓶中的蒸馏水或乙醇中。

4.2 试样

将盛有实验室样品的广口瓶剧烈振摇，混合均匀后，用吸管边摇边取一定体积的样品于坩埚中，将坩埚置于干燥箱中，于 $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘 2 h，冷却，置于称量瓶中，备用。

4.3 试料溶液的制备

4.3.1 试剂

4.3.1.1 盐酸溶液：1+1。

4.3.1.2 硝酸溶液：1+1。

4.3.2 操作步骤

称取约 0.5 g 试样（见 4.2），精确至 0.000 1 g。置于 250 mL 烧杯中，用水润湿，加入 20 mL 盐

HG/T 5038—2016

酸溶液，盖上表面皿。待剧烈反应停止后，加热，滴加硝酸溶液使试料完全溶解。微火驱赶多余的酸，至近干。冷却，加入 50 mL 水，加热溶解，冲洗表面皿及烧杯内壁。冷却至室温后，移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5 镍 (Ni) 质量分数的测定

5.1 原理

用氟化钠掩蔽铝及其他元素，加入过量乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液，调至 pH 值为 5~6，以二甲酚橙为指示剂，用氯化锌标准滴定溶液返滴定。

5.2 试剂

5.2.1 氟化钠。

5.2.2 氨水溶液：1+1。

5.2.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：pH≈6。

5.2.4 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液： $c(\text{EDTA})=0.02 \text{ mol/L}$ 。

5.2.5 氯化锌标准滴定溶液： $c(\text{ZnCl}_2)=0.02 \text{ mol/L}$ 。

5.2.6 二甲酚橙指示液：2 g/L。

5.3 分析步骤

量取 10.00 mL 试料溶液 (见 4.3.2)，置于 250 mL 锥形瓶中，加入约 1 g 氟化钠，加水至约 50 mL，摇匀。加入 20.00 mL 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液、4 滴~5 滴二甲酚橙指示液，滴加氨水溶液至溶液变蓝紫色。加入 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液，用氯化锌标准滴定溶液滴定至溶液由黄绿色变为浅棕色为终点。

5.4 结果计算

5.4.1 镍 (Ni) 质量分数

镍 (Ni) 质量分数 w_1 ，按公式 (1) 计算：

$$w_1 = \frac{(V_1 c_1 - V_2 c_2) M}{m \times 1000} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V_1 ——乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_2 ——氯化锌标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

c_1 ——乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

c_2 ——氯化锌标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

m ——分取试样的质量的数值，单位为克 (g)；

M ——镍的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=58.69$)。

取两次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 0.3 %。

5.4.2 镍 (Ni) 质量分数的标称值

镍 (Ni) 质量分数的标称值 w_2 ，按公式 (2) 计算：

$$w_2 = \frac{w_1}{w_1 + w_3 + w_5} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

w_1 ——5.4 测得的镍质量分数，以 % 表示；

w_3 ——6.4 测得的铝质量分数，以 % 表示；

w_5 ——7.5 测得的铝质量分数，以 % 表示。

6 铝 (Al) 质量分数的测定

6.1 原理

在 pH 值为 5.7 条件下，加入乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 络合试料溶液中的铝和其他金属离子，过量的乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 用锌标准滴定溶液返滴定。加入氟化钠置换出与铝络合的乙二胺四乙酸二钠 (EDTA)，释放出的乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 用锌标准滴定溶液滴定。

6.2 试剂

6.2.1 氟化钠。

6.2.2 氨水溶液：1+1。

6.2.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：pH≈6。

称取 100 g 乙酸钠 ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)，溶于水，加入 5.7 mL 冰乙酸，用水稀释至 500 mL。

6.2.4 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 溶液：约为 0.02 mol/L。

称取 8.0 g 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA)，用 1 000 mL 水加热溶解，冷却，摇匀。

6.2.5 氯化锌标准滴定溶液： $c(\text{ZnCl}_2)=0.02 \text{ mol/L}$ 。

6.2.6 二甲酚橙指示液：2 g/L。

6.3 分析步骤

量取 25.00 mL 试料溶液 (见 4.3.2)，置于 250 mL 锥形瓶中，加入 35 mL 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 溶液、10 滴二甲酚橙指示液，用氨水溶液中和至溶液变为蓝紫色。再加入 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液，加热煮沸 3 min。冷却，用氯化锌标准滴定溶液滴定至溶液由黄绿色变为浅棕色为终点。加入约 1 g 氟化钠，加热煮沸 3 min。冷却，用氯化锌标准滴定溶液滴定，滴定终点颜色与第一次滴定终点相同，记取第二次滴定时耗用氯化锌标准滴定溶液的体积。

6.4 结果计算

6.4.1 铝 (Al) 质量分数

铝 (Al) 质量分数 w_3 ，按公式 (3) 计算：

$$w_3 = \frac{VcM}{m \times 1000} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

V ——第二次滴定时耗用的氯化锌标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

c ——氯化锌标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

m ——分取试样的质量的数值，单位为克 (g)；

M ——铝的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=26.98$)。

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 0.2 %。

6.4.2 铝 (Al) 质量分数的标称值

铝 (Al) 质量分数的标称值 w_4 ，按公式 (4) 计算：

(7)

HG/T 5038—2016

$$w_4 = \frac{w_3}{w_1 + w_3 + w_5} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

w_1 ——5.4 测得的镍质量分数，以%表示；

w_3 ——6.4 测得的铝质量分数，以%表示；

w_5 ——7.5 测得的钼质量分数，以%表示。

7 三氧化钼质量分数的测定——硫氰酸盐分光光度法

7.1 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 465 nm 波长处测定其吸光度，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。

7.2 试剂

7.2.1 磷酸。

7.2.2 硫酸溶液：1+1。

7.2.3 硫酸溶液：1+2。

7.2.4 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（见 7.2.2）。

7.2.5 硫氰酸铵溶液：100 g/L。

7.2.6 抗坏血酸溶液：50 g/L。

用时现配。

7.2.7 三氧化钼（ MoO_3 ）标准溶液：500 $\mu\text{g/mL}$ 。

称取 0.500 0 g 已预先于 500 $^{\circ}\text{C}$ ~ 550 $^{\circ}\text{C}$ 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（见 7.2.2），在通风橱内加热溶解。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。

7.2.8 三氧化钼（ MoO_3 ）标准溶液：50 $\mu\text{g/mL}$ 。

量取 10.00 mL 三氧化钼标准溶液（见 7.2.7），置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.3 仪器

分光光度计：具有 465 nm 波长。

7.4 分析步骤

7.4.1 工作曲线的绘制

量取三氧化钼标准溶液（见 7.2.8）0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL，分别置于 5 个已预先加入 10 mL 硫酸铁铵溶液的 50 mL 容量瓶中，加入 9 mL 硫酸溶液（见 7.2.3），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。

以不加钼标准溶液的空白溶液为参比，用 1 cm 吸收池，于 465 nm 波长处用分光光度计测定标准溶液系列的吸光度。

以上述溶液中钼的质量为横坐标、对应的吸光度值为纵坐标，绘制工作曲线。或根据所得吸光度

值计算出线性回归方程式。

7.4.2 测定

量取一定量的试料溶液，使其相应的钼的质量为 $30\ \mu\text{g} \sim 130\ \mu\text{g}$ （三氧化钼质量为 $50\ \mu\text{g} \sim 200\ \mu\text{g}$ ），置于已预先加入 10 mL 硫酸铁铵溶液的 50 mL 容量瓶中，后续操作按照 7.4.1 中“加入 9 mL 硫酸溶液（见 7.2.3）……放置 30 min”所述步骤进行。

以不加钼标准溶液的空白溶液为参比，用 1 cm 吸收池，于 465 nm 波长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钼的质量。

7.5 结果计算

7.5.1 钼（Mo）质量分数

钼（Mo）的质量分数 w_5 ，按公式（5）计算：

$$w_5 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

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

m_0 ——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为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.10 %。

7.5.2 钼（Mo）质量分数的标称值

钼（Mo）质量分数的标称值 w_6 ，按公式（6）计算：

$$w_6 = \frac{w_5}{w_1 + w_3 + w_5} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

w_1 ——5.4 测得的镍质量分数，以 % 表示；

w_3 ——6.4 测得的铝质量分数，以 % 表示；

w_5 ——7.5 测得的钼质量分数，以 % 表示。