

ICS 71. 100. 99
G 74
备案号: 56403—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5039—2016

尿素合成用 CO₂脱氢催化剂 化学成分分析方法

Analytical method of chemical composition
for CO₂ dehydrogenation catalysts in urea synthesis using

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。

本标准主要起草人：李敏、王伟、邱爱玲、贺艳、曾飞。

尿素合成用 CO₂脱氢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安全和健康措施。

1 范围

本标准规定了尿素合成用 CO₂脱氢催化剂化学成分分析方法。

本标准适用于尿素合成用 CO₂脱氢催化剂中钯 (Pd)、铂 (Pt)、铁 (Fe)、氧化钠 (Na₂O) 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

按照 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 μm 试验筛（符合 GB/T 6003.1 中 R40/3 系列）。置于称量瓶中，于 105℃～110℃干燥至恒量。取出，放入干燥器内，冷却至室温，备用。

4.3 试料溶液的制备

4.3.1 试剂

4.3.1.1 高氯酸。

HG/T 5039—2016

4.3.1.2 硫酸溶液：1+1。

4.3.2 操作步骤

称取约 0.1 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 硫酸溶液、2 mL 高氯酸，盖上表面皿，缓慢加热（保持微沸）使试样溶解至白烟消失。待试样成完全透明状，取下，冷却，用水冲洗表面皿和烧杯内壁，转移至 100 mL 容量瓶中，用少量水冲洗烧杯 3 次~4 次，洗液并入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。必要时，干过滤。

5 钯（Pd）质量分数的测定

5.1 电感耦合等离子体发射光谱法（仲裁法）

5.1.1 原理

在酸性条件下，使用高纯氩气火焰将溶液雾化，引入电感耦合等离子体，测定试样溶液中钯元素的发射谱线强度，用工作曲线法定量。

5.1.2 试剂

5.1.2.1 硫酸溶液：1+4。

5.1.2.2 盐酸溶液：1+1。

5.1.2.3 氧化钨溶液：100 mg/mL。

称取 10 g 氧化钨，加入 20 mL 盐酸溶液，加热使之完全溶解，稀释至 100 mL，备用。

5.1.2.4 钯标准溶液：1 mg/mL。

称取 1.666 g（精确至 0.000 1 g）于 105 °C~110 °C 干燥 1 h 的氯化钯，加入 30 mL 盐酸溶液溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.1.2.5 钯标准溶液：100 μg/mL。

量取 10.00 mL 钯标准溶液（见 5.1.2.4），置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.1.3 仪器

电感耦合等离子体发射光谱仪：RF 功率 1 150 W，雾化器氩气气体流量 0.70 L/min，辅助气流量 0.5 L/min，分析泵速 50 r/min，短波曝光时间 15 s，冲洗时间 30 s。

推荐使用分析线波长 340.458 nm、级次 99、背景校正不扣。

5.1.4 分析步骤

5.1.4.1 工作曲线的绘制

取 5 只 100 mL 容量瓶，分别加入钯标准溶液（见 5.1.2.5）0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL。在每个容量瓶中各加 1 mL 硫酸溶液，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，以不加入钯标准溶液的空白溶液调零，于波长 340.458 nm 处测定溶液的分析线信号强度。

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

5.1.4.2 测定

按 5.1.4.1 中第二段的规定测定试样溶液（见 4.3）中钯的分析线信号强度，从工作曲线上查出

被测溶液中钯的浓度。

5.1.5 计算结果

钯 (Pd) 质量分数 w_1 ，按公式 (1) 计算：

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

式中：

c ——从工作曲线上查得的被测溶液中钯的质量浓度的数值，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)。

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 0.02 %。

5.2 原子吸收分光光度法

5.2.1 原理

用原子吸收分光光度计，使用空气-乙炔火焰，于波长 244.8 nm 处测定试料溶液中的钯，用工作曲线法定量。用氧化镧作消电离剂，消除电离干扰。

5.2.2 试剂

同 5.1.2。

5.2.3 仪器

原子吸收分光光度计：附有钯空心阴极灯。

5.2.4 分析步骤

5.2.4.1 工作曲线的绘制

取 5 只 100 mL 容量瓶，分别加入钯标准溶液（见 5.1.2.5）0 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL。在每个容量瓶中各加 1 mL 氧化镧溶液（见 5.1.2.3）、1 mL 硫酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加入钯标准溶液的空白溶液调零，于波长 244.8 nm 处测定溶液的吸光度。

以上述溶液中钯的质量浓度（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。

5.2.4.2 测定

量取 10.00 mL 试料溶液，置于 50 mL 容量瓶中，加入 1 mL 氧化镧溶液，用水稀释至刻度，摇匀。按 5.2.4.1 中第二段的规定测定溶液的吸光度，从工作曲线上查得或用线性回归方程计算出被测溶液中钯的质量浓度。

5.2.5 结果计算

钯 (Pd) 质量分数 w_2 ，按公式 (2) 计算：

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

(17)

HG/T 5039—2016

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钯的质量浓度的数值，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 ——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 0.02 %。

6 铂 (Pt) 质量分数的测定——电感耦合等离子体发射光谱法

6.1 原理

在酸性条件下，使用高纯氩气火焰将溶液雾化，引入电感耦合等离子体，测定试料溶液中铂元素的发射谱线强度，用工作曲线法定量。

6.2 试剂

6.2.1 硫酸溶液：1+4。

6.2.2 铂标准溶液：1 mg/mL。

称取 0.249 g 氯铂酸钾（精确至 0.000 1 g），溶于水，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.2.3 铂标准溶液：100 $\mu\text{g/mL}$ 。

量取 10.00 mL 铂标准溶液（见 6.2.2），置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.3 仪器

电感耦合等离子体发射光谱仪：RF 功率 1 150 W，雾化器气体流量 0.70 L/min，辅助气流量 0.5 L/min，分析泵速 50 r/min，短波曝光时间 15 s，冲洗时间 30 s。

推荐使用分析线波长 214.423 nm、级次 457、背景校正不扣。

6.4 分析步骤

6.4.1 工作曲线的绘制

取 5 只 100 mL 容量瓶，分别加入铂标准溶液（见 6.2.3）0 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL。在每个容量瓶中各加 1 mL 硫酸溶液，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，以不加入铂标准溶液的空白溶液调零，于波长 214.423 nm 处测定溶液的分析线信号强度。

以上述溶液中铂的质量浓度（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 4.3）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质量浓度。

6.5 结果计算

铂 (Pt) 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 ——从工作曲线上查得的被测溶液中铂的质量浓度的数值，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 ）。

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 0.005 %。

7 铁（Fe）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，于波长 248.3 nm 处测定试料溶液中的铁，用工作曲线法定量。共存元素对测定无干扰。

7.2 试剂

7.2.1 硫酸溶液：1+4。

7.2.2 硫酸溶液：1+5。

7.2.3 铁标准溶液：0.1 mg/mL。

称取 0.864 g 硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ （精确至 0.000 1 g），溶于水，加入 10 mL 硫酸溶液（见 7.2.2），移入 1 000 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：附有铁空心阴极灯。

7.4 分析步骤

7.4.1 工作曲线的绘制

取 5 只 100 mL 容量瓶，分别加入铁标准溶液（见 7.2.3）0 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL。在每个容量瓶中各加 1 mL 硫酸溶液（见 7.2.1），用水稀释至刻度，摇匀。

按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加入铁标准溶液的空白溶液调零，于波长 248.3 nm 处测定溶液的吸光度。

以上述溶液中铁的质量浓度（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。

7.4.2 测定

按 7.4.1 中第二段的规定测定试料溶液（见 4.3）的吸光度，从工作曲线上查得或用线性回归方程计算出被测溶液中铁的质量浓度。

7.5 结果计算

铁（Fe）质量分数 w_4 ，按公式（4）计算：

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

HG/T 5039—2016

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铁的质量浓度的数值，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)。

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 0.003 %。

8 氧化钠 (Na_2O) 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 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。

8.2 试剂

8.2.1 硫酸溶液：1+4。

8.2.2 氧化钠 (Na_2O) 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。

8.2.3 氧化钠 (Na_2O) 标准溶液：100 $\mu\text{g/mL}$ 。

量取 10.00 mL 氧化钠标准溶液 (见 8.2.2)，置于 100 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：附有钠空心阴极灯。

8.4 分析步骤

8.4.1 工作曲线的绘制

取 5 个 100 mL 容量瓶，分别加入氧化钠标准溶液 (见 8.2.3) 0 mL、0.30 mL、0.60 mL、0.90 mL、1.20 mL。在每个容量瓶中各加 1 mL 硫酸溶液，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质量浓度 (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。

8.4.2 测定

量取 10.00 mL 试料溶液，置于 50 mL 容量瓶中，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，从工作曲线上查出或用线性回归方程计算出被测溶液中氧化钠的质量浓度。

8.5 计算结果

氧化钠 (Na_2O) 质量分数 w_5 ，按公式 (5) 计算：

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

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质量浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——被测试料溶液的体积的数值，单位为毫升（ 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为测定结果，平行测定结果的绝对差值应符合表 1 的规定。

表 1

氧化钠质量分数 %	平行测定结果的绝对差值 %
$\geq 0.01 \sim \leq 0.1$	≤ 0.02
$> 0.1 \sim \leq 1$	≤ 0.06