

ICS 71.100.99

G 74

备案号: 60505~60509—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5189~5193—2017

常温有机硫转化吸收催化剂和 甲醇制氢催化剂化学成分分析方法、 甲醇制丙烯催化剂反应性能试验方法以及 甲醇制低碳烯烃催化剂化学成分分析方法和 积炭的测定 (2017)

2017-11-07 发布

2018-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 5189—2017	常温有机硫转化吸收催化剂化学成分分析方法	(1)
HG/T 5190—2017	甲醇制丙烯催化剂反应性能试验方法	(13)
HG/T 5191—2017	甲醇制低碳烯烃催化剂化学成分分析方法	(23)
HG/T 5192—2017	甲醇制低碳烯烃催化剂积炭的测定	(37)
HG/T 5193—2017	甲醇制氢催化剂化学成分分析方法	(45)

ICS 71. 100. 99
G 74
备案号: 60505—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5189—2017

常温有机硫转化吸收催化剂 化学成分分析方法

Analytical method of chemical composition for organic sulfur
conversion absorption catalysts at room temperature

2017-11-07 发布

2018-04-01 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、山东省产品质量检验研究院、西安向阳航天材料股份有限公司。

本标准主要起草人：李艳荣、焦毅、王国妮、尚克家、邹惠玲。

常温有机硫转化吸收催化剂化学成分分析方法

警示——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

本标准规定了常温有机硫转化吸收催化剂化学成分分析方法。

本标准适用于常温有机硫转化吸收催化剂中有机胺类化合物、镁（Mg）、铁（Fe）、二氧化硅（SiO₂）和氯（Cl）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，均指分析纯试剂和按 GB/T 6682 制备的三级水。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 和 GB/T 603 的规定制备。

4 样品

4.1 实验室样品

按 GB/T 6679 的规定取得。

4.2 试样

在尽可能短的时间内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（按照 GB/T 6003.1 中 R40/3 系列），置于干燥器中的密封袋中，备用。

4.3 试料溶液的制备（用于镁、铁、二氧化硅质量分数的测定）

4.3.1 试剂

4.3.1.1 无水碳酸钠。

4.3.1.2 硼酸。

4.3.1.3 盐酸溶液：1+1。

4.3.1.4 混合熔剂：取3份质量的无水碳酸钠和1份质量的硼酸，混合磨匀。

4.3.2 试验步骤

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，900℃灰化1 h。取出坩埚，冷却。称取混合熔剂0.5 g（留出少量作覆盖用），倒入铂坩埚中，用铂丝搅匀，覆盖一层混合熔剂后加盖，再放入高温炉中，900℃熔融30 min。取出铂金坩埚，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。用少量水洗铂金坩埚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 有机胺类化合物质量分数的测定

5.1 原理

采用酸碱中和法，以溴甲酚绿-甲基红为指示剂，用盐酸标准滴定溶液滴定试料溶液中的有机胺类化合物。

5.2 试剂

5.2.1 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl})=0.02 \text{ mol/L}$ 。

5.2.2 溴甲酚绿-甲基红指示液。

5.3 试验步骤

称取约0.5 g试样，精确至0.000 1 g。置于200 mL烧杯中，加入约50 mL水，把样品全部浸入，浸泡约30 min。浸取液过滤转移至250 mL锥形瓶中，洗涤烧杯和滤纸5遍~6遍，滤液一起并入锥形瓶中。

在试料溶液中滴加3滴~4滴溴甲酚绿-甲基红指示液，用盐酸标准滴定溶液滴定，溶液由绿色变为浅粉色为终点。

同时做空白试验。

5.4 试验数据处理

有机胺类化合物质量分数 w_1 ，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(V - V_0)cM}{m \times 1000} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V ——滴定消耗盐酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 ——空白试验消耗盐酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——盐酸标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——有机胺类化合物的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ M =有机胺类化合物的相对分子质量）；

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0.2%。

6 铁 (Fe) 质量分数的测定

6.1 原理

用原子吸收分光光度计,使用空气-乙炔火焰,在波长 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。

6.2 试剂

6.2.1 盐酸溶液: 1+1。

6.2.2 铁标准溶液: 0.1 mg/mL。

6.2.3 铁标准溶液: 10 μg/mL。

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

6.3 仪器设备

原子吸收分光光度计: 附有铁空心阴极灯。

6.4 试验步骤

6.4.1 标准曲线的绘制

取 5 只 50 mL 容量瓶, 分别加入铁标准溶液 (见 6.2.3) 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL, 在每个容量瓶中各加入 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。

6.4.2 测定

量取 5.00 mL 试料溶液 (见 4.3.2), 置于 50 mL 容量瓶中, 加入 1 mL 盐酸溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀。按 6.4.1 中第二段的规定测定溶液的吸光度值, 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铁的浓度。

6.5 试验数据处理

铁 (Fe) 质量分数 w_2 , 按公式 (2) 计算:

$$w_2 = \frac{c \times 50 \times 10^{-6}}{m \times (5/250)} \times 100 \% = \frac{c \times 25 \times 10^{-4}}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (2)$$

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浓度的数值, 单位为微克每毫升 (μg/mL);

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 0.03 %。

7 镁 (Mg) 质量分数的测定

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 285.2 nm 处测定试料溶液中的镁。用工作曲线法或线性回归方程式定量。加入氯化锶消除共存元素干扰。

7.2 试剂

7.2.1 盐酸溶液: 1+1。

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

7.2.3 镁标准溶液: 0.1 mg/mL。

7.2.4 镁标准溶液: 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

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

7.3 仪器设备

原子吸收分光光度计: 附有镁空心阴极灯。

7.4 试验步骤

7.4.1 标准曲线的绘制

取 5 只 50 mL 容量瓶, 分别加入镁标准溶液 (见 7.2.4) 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL, 在每个容量瓶中各加入 1 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, 以不加入镁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。

以上述溶液中镁的浓度 (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。

7.4.2 测定

量取 5.00 mL 试料溶液 (见 4.3.2), 置于 50 mL 容量瓶中, 加入 1 mL 盐酸溶液, 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值, 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镁的浓度。

7.5 试验数据处理

镁 (Mg) 质量分数 w_3 , 按公式 (3) 计算:

$$w_3 = \frac{c \times 50 \times 10^{-6}}{m \times (5/250)} \times 100 \% = \frac{c \times 25 \times 10^{-4}}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (3)$$

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

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 0.02 %。

8 二氧化硅 (SiO₂) 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,于波长 251.61 nm 处测定试料溶液中的二氧化硅,用工作曲线法定量。

8.2 试剂

8.2.1 盐酸溶液: 1+1。

8.2.2 二氧化硅标准溶液: 1 mg/mL。

8.2.3 二氧化硅标准溶液: 100 μg/mL。

量取 10.00 mL 铁标准溶液 (见 8.2.2), 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

8.3 仪器设备

电感耦合等离子发射光谱仪。

8.4 试验步骤

8.4.1 标准曲线的绘制

取 5 只 50 mL 容量瓶, 分别加入二氧化硅标准溶液 (见 8.2.3) 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL, 在每个容量瓶中各加入 1 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焰, 以不加入二氧化硅标准溶液的空白溶液调零, 于波长 251.61 nm 处测定溶液的分析线信号强度。

以上述溶液中二氧化硅的浓度 (单位为微克每毫升) 为横坐标、二氧化硅的分析线的信号强度值为纵坐标, 绘制工作曲线。

8.4.2 测定

量取 5.00 mL 试料溶液 (见 4.3.2), 置于 50 mL 容量瓶中, 加入 1 mL 盐酸溶液, 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分析线的信号强度, 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二氧化硅的浓度。

空白试验: 称取 0.5 g 混合熔剂, 按 4.3.2 中的方法制备试液。测定按 8.4.2 中第 1 段的方法同时进行。

8.5 试验数据处理

二氧化硅 (SiO₂) 质量分数 w_4 , 按公式 (4) 计算:

$$w_4 = \frac{c \times 50 \times 10^{-6}}{m \times (5/250)} \times 100 \% = \frac{c \times 25 \times 10^{-4}}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (4)$$

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二氧化硅的浓度的数值, 单位为微克每毫升 (μg/mL);

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 0.03 %。

9 氯 (Cl) 质量分数的测定

9.1 原理

样品中各种离子根据对离子交换树脂相互亲和力的不同,在分离柱上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。

9.2 试剂

9.2.1 氯化物标准溶液: 0.1 mg/mL。

9.2.2 氯化物标准溶液: 10 μg/mL。

量取 10 mL 氯化物标准溶液 (见 9.2.1), 移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

9.3 仪器设备

离子色谱仪: 配有电导检测器。该仪器对本标准所规定的最低测定浓度的杂质所产生的峰高应至少大于噪声的 2 倍。

9.4 试验步骤

9.4.1 标准曲线的绘制

量取氯标准溶液 (见 9.2.2) 2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL, 其相当于含氯 20 μg、40 μg、60 μg、80 μg、100 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浓度 (单位为微克每毫升) 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。

9.4.2 测定

称取约 0.5 g 试样, 精确至 0.000 1 g。置于 150 mL 烧杯中, 加入约 60 mL 水, 盖上表面皿, 在可调电炉上加热至微沸, 并保持 30 min。用不含氯化物的中速滤纸 (用煮沸 5 min 的纯水以倾泻法洗涤滤纸 10 遍) 以倾泻法将浸取液滤入 100 mL 容量瓶中, 再加入约 60 mL 水, 盖上表面皿, 在可调电炉上加热至微沸, 并保持 30 min。以倾泻法将浸取液滤入上述 100 mL 容量瓶中, 用热水将烧杯中的沉淀转移到滤纸上, 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。

样品经 C18 固相萃取柱 (3 cc/200 mg) 预处理, 按 9.4.1 中第二段的规定测定试料溶液中氯的分析线的信号强度。从工作曲线上查出被测溶液中氯的浓度。

当样品中氯的质量分数在 0.001 %~0.01 % 之间时, 直接进样进行分析。当氯的质量分数大于 0.01 % 时, 量取一定量的试料溶液, 使其相应的氯质量在 20 μg~80 μg 之间, 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。

从工作曲线上查出被测溶液中氯的浓度。

9.5 试验数据处理

氯 (Cl) 质量分数 w_5 , 按公式 (5) 计算:

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

(10)

式中：

c ——从工作曲线上查得的氯的浓度的数值，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；

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，平行测定结果的相对偏差应不大于 20 %。
