

ICS 71.100.99

G 74

备案号: 63677~63680—2018

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5316~5319—2018

---

### 氨裂解制氢催化剂活性试验方法、常温 脱硫醇催化剂化学成分分析方法、氧化锰 脱硫剂硫容试验和化学成分分析方法 (2018)

2018-04-30 发布

2018-09-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 目 录

HG/T 5316—2018	氨裂解制氢催化剂活性试验方法 .....	( 1 )
HG/T 5317—2018	常温脱硫醇催化剂化学成分分析方法 .....	(15)
HG/T 5318—2018	氧化锰脱硫剂硫容试验方法 .....	(27)
HG/T 5319—2018	氧化锰脱硫剂化学成分分析方法 .....	(43)

ICS 71. 100. 99  
G 74  
备案号：63680—2018

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5319—2018

---

### 氧化锰脱硫剂化学成分分析方法

Analytical method of chemical composition  
for manganese oxide desulfurization sorbent

2018-04-30 发布

2018-09-01 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、北京三聚环保新材料股份有限公司、武汉科林精细化工有限公司。

本标准主要起草人：曾飞、贺承国、刘彦芳、张先茂、李艳荣、杜勇、马芳、王泽、杨建国、李兴建、孙国双。

# 氧化锰脱硫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

本标准规定了氧化锰脱硫剂化学成分分析方法。

本标准适用于氧化锰脱硫剂中二氧化锰（ $\text{MnO}_2$ ）、总铁（Fe）、锌（Zn）和镁（Mg）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 中规定的三级水。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 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

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（按照 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 2 h。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 硫磷混酸溶液：2+5+3。

4.3.1.2 过氧化氢溶液：1+9。

4.3.1.3 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 0.5 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 硫磷混酸溶液、10 mL 过氧化氢溶液，盖上表面皿，缓慢加热使试料完全溶解，煮沸 10 min。冷却后，用水冲洗表面皿及烧杯内壁，用水稀释至约 60 mL，加热至微沸。用中速滤纸过滤转移至 250 mL 容量瓶中，用热水冲洗烧杯内壁 5 次~6 次，洗液一并转入容量瓶中。待容量瓶中溶液冷却至室温后，用水稀释至刻度，摇匀。该试液用于二氧化锰（ $\text{MnO}_2$ ）质量分数的测定。

##### 4.3.2.2 试液 B 的制备

称取约 0.5 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 盐酸溶液，盖上表面皿，缓慢加热使试料完全溶解。冷却后，用水冲洗表面皿及烧杯内壁，用水稀释至约 60 mL，加热至微沸。用中速滤纸过滤转移至 250 mL 容量瓶中，用少量水冲洗烧杯壁 5 次~6 次，洗液一并转入容量瓶中。待容量瓶中溶液冷却至室温后，用水稀释至刻度，摇匀。该试液用于总铁（Fe）、锌（Zn）和镁（Mg）质量分数的测定。

### 5 二氧化锰（ $\text{MnO}_2$ ）质量分数的测定

#### 5.1 原理

试料用硫磷混酸溶液溶解后，以银离子为催化剂，用过硫酸铵将低价锰氧化为高锰酸根离子，用 *N*-苯基邻氨基苯甲酸为指示液，用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定。

#### 5.2 试剂

5.2.1 磷酸。

5.2.2 过硫酸铵。

5.2.3 硝酸银溶液：10 g/L。

5.2.4 硫酸亚铁铵标准滴定溶液： $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2]=0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.2.5 碳酸钠溶液：2 g/L。

5.2.6 *N*-苯基邻氨基苯甲酸指示液：2 g/L。

称取 0.20 g *N*-苯基邻氨基苯甲酸，溶于 100 mL 碳酸钠溶液（2 g/L）中，搅匀。

#### 5.3 试验步骤

量取 25.00 mL 试液 A，置于 250 mL 锥形瓶中，加入 10 mL 磷酸，用热水稀释至约 70 mL，加入 5 mL 硝酸银溶液、2 g~3 g 过硫酸铵，放置 10 min。煮沸 5 min~7 min，用流水迅速冷却至室温，用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至溶液呈浅红色。加入 3 滴~4 滴 *N*-苯基邻氨基苯甲酸指示液，继续滴定至溶液变为亮绿色为终点。

## 5.4 试验数据处理

二氧化锰 ( $\text{MnO}_2$ ) 质量分数  $w_1$ , 按公式 (1) 计算:

$$w_1 = \frac{[V/(1\,000 \times 5)]cM}{m} \times 100\% = \frac{VcM}{5\,000m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$V$ ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

$c$ ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度的准确数值, 单位为摩尔每升 (mol/L);

$M$ ——二氧化锰的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ( $M=86.95$ );

$m$ ——分取试料的质量的数值, 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 0.40 %。

## 6 总铁 (Fe) 质量分数的测定

### 6.1 原理

在溶液 pH 值约 2、温度为 50 °C ~ 70 °C 条件下, 以磺基水杨酸为指示剂, 用乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 络合滴定试料溶液中的 3 价铁, 2 价铁预先用过硫酸铵氧化为 3 价铁后被络合滴定。

### 6.2 试剂

6.2.1 氯乙酸溶液: 200 g/L。

6.2.2 过硫酸铵溶液: 200 g/L。

6.2.3 磺基水杨酸溶液: 200 g/L。

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

### 6.3 试验步骤

量取 25.00 mL 试液 B, 置于 250 mL 烧杯中, 加入 100 mL 沸水、10 mL 氯乙酸溶液、0.5 mL 磺基水杨酸溶液、1 mL 过硫酸铵溶液, 在溶液温度 50 °C ~ 70 °C 条件下, 用乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液滴定至溶液由紫色变为亮黄色即为终点。

### 6.4 试验数据处理

总铁 (Fe) 质量分数  $w_2$ , 按公式 (2) 计算:

$$w_2 = \frac{(V/1\,000)cM}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$V$ ——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);

$c$ ——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);

$M$ ——铁的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ( $M=55.85$ );

$m$ ——分取试料的质量的数值, 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 0.30 %。

7 锌 (Zn) 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,于波长 213.9 nm 处测定试料溶液中的锌,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 盐酸溶液: 1+1。

7.2.2 锌 (Zn) 标准溶液: 100 μg/mL。

7.3 仪器设备

原子吸收分光光度计: 附有锌空心阴极灯。

7.4 试验步骤

7.4.1 工作曲线的绘制

7.4.1.1 取 5 只 100 mL 容量瓶,分别加入锌标准溶液 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL。在每只容量瓶中各加 4 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

7.4.1.2 按仪器工作条件,用空气-乙炔火焰,以不加锌标准溶液的空白溶液调零,于波长 213.9 nm 处测定溶液的吸光度。

7.4.1.3 以上述溶液中锌的浓度(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

量取一定量试液 B (使其锌质量为 50 μg~200 μg),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。按 7.4.1.2 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锌的浓度。

7.5 试验数据处理

锌 (Zn) 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或用线性回归方程计算出的被测溶液中锌的浓度的数值,单位为微克每毫升 (μg/mL);

$V$ ——试液的体积的数值,单位为毫升 (mL);

$m$ ——分取试料的质量的数值,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,两次平行测定结果的相对偏差不大于 4.0 %。

8 镁 (Mg) 质量分数的测定

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



化铯消除共存元素铁、硅等元素的干扰。

## 8.2 试剂

8.2.1 盐酸溶液：1+1。

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

8.2.3 镁 (Mg) 标准溶液：100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

## 8.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：附有镁空心阴极灯。

## 8.4 试验步骤

### 8.4.1 工作曲线的绘制

8.4.1.1 取 5 只 100 mL 容量瓶，分别加入镁 (Mg) 标准溶液 0 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.30 mL、0.40 mL，各加入 2 mL 氯化铯溶液、4 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

8.4.1.2 按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，以不加镁 (Mg) 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。

8.4.1.3 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。

### 8.4.2 测定

量取一定量试液 B（使其镁质量为 10  $\mu\text{g}$ ~40  $\mu\text{g}$ ），置于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 氯化铯溶液，用水稀释至刻度，摇匀。按 8.4.1.2 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镁的浓度。

## 8.5 试验数据处理

镁 (Mg) 质量分数  $w_4$ ，按公式 (4) 计算：

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

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 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )；

$V$ ——试液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$m$ ——分取试料的质量的数值，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，两次平行测定结果的相对偏差不大于 5.0 %。