

ICS 71.100.99  
G 74  
备案号: 50896—2015

HG

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4856—2015

## 镍系气相苯加氢催化剂 化学成分分析方法

Analytical method of chemical composition for nickel series gas phase  
benzene hydrogenation catalysts

2015-07-29 发布

2016-01-01 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、山东省产品质量监督检验研究院、江苏省产品质量监督检验研究院。

本标准主要起草人：邱爱玲、邹惠玲、夏攀登、翟中华、姜琴、王莉、张晓强。

## 镍系气相苯加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

本标准规定了以苯或含苯的有机物为原料制环己烷的镍系气相苯加氢催化剂化学成分分析方法。

本标准适用于镍系气相苯加氢催化剂中的水分（ $\text{H}_2\text{O}$ ）、镍（Ni）、三氧化二铝（ $\text{Al}_2\text{O}_3$ ）、氧化钾（ $\text{K}_2\text{O}$ ）和烧失量质量分数的测定。

### 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 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 125  $\mu\text{m}$  试验筛（符合 GB/T 6003.1 中 R40/3 系列）。置于已恒量的称量瓶中，备用。

#### 4.3 试料溶液的制备

##### 4.3.1 试剂

4.3.1.1 硫酸溶液：1+2。

4.3.1.2 硫酸溶液：1+100。

##### 4.3.2 制备步骤

将试样（见 4.2）于  $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  干燥至恒量。称取约 2 g，精确至 0.000 1 g。置于 250 mL 烧杯中，用水润湿。加入 20 mL 硫酸溶液（见 4.3.1.1），盖上表面皿，缓慢加热使试料完全溶解，切勿沸腾。冷却后用水冲洗表面皿及烧杯内壁，用水稀释至约 50 mL。用中速滤纸过滤，以热的硫酸溶液（见 4.3.1.2）洗涤滤纸 6 次~8 次，滤液及洗液移入 100 mL 容量瓶中，冷却至室温后，用水稀释至刻度，摇匀，待用。

## 5 水分 (H<sub>2</sub>O) 质量分数的测定

### 5.1 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的水分质量。

### 5.2 仪器

5.2.1 恒温鼓风干燥箱：精确至 1℃。

5.2.2 称量瓶：Φ70 mm×35 mm。

### 5.3 分析步骤

称取 3 g~5 g 试样（见 4.2），精确至 0.000 1 g。置于预先在 120℃±2℃ 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 120℃±2℃ 干燥 2 h。取出称量瓶，放入干燥器中，盖好瓶盖，冷却至室温，称量。

### 5.4 结果计算

水分 (H<sub>2</sub>O) 质量分数  $w_1$ ，按公式 (1) 计算：

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (1)$$

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 0.20 %。

## 6 镍 (Ni) 质量分数的测定

### 6.1 原理

在 pH 为 5.7 条件下，用氟化钠掩蔽铝，加入过量乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液，以二甲酚橙为指示剂，用氯化锌标准滴定溶液返滴定。

### 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)。

6.2.4 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液： $c(\text{EDTA})=0.05 \text{ mol/L}$ 。

6.2.5 氯化锌标准滴定溶液： $c(\text{ZnCl}_2)=0.10 \text{ mol/L}$ 。

6.2.6 二甲酚橙指示液：2 g/L。

### 6.3 分析步骤

量取 5.00 mL 试料溶液（见 4.3.2），置于 250 mL 锥形瓶中。加入约 1.5 g 氟化钠，加水至约 50 mL，摇匀。加入 35 mL 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液、5 滴~6 滴二甲酚橙指示液，滴加氨水溶液至溶液变为蓝紫色。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即为终点。

### 6.4 结果计算

镍 (Ni) 质量分数  $w_2$ ，按公式 (2) 计算：

$$w_2 = \frac{(V_1 c_1 - V_2 c_2) M}{m \times 1000} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

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

$c_1$ ——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）；  
 $V_2$ ——氯化锌标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；  
 $c_2$ ——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）；  
 $m$ ——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 0.80 %。

## 7 三氧化二铝（ $\text{Al}_2\text{O}_3$ ）质量分数的测定

### 7.1 原理

在 pH 为 5.7 条件下，加入过量的乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液，使其与铝、镍等离子络合，过量的乙二胺四乙酸二钠（EDTA）用氯化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），释出的乙二胺四乙酸二钠（EDTA）用氯化锌标准滴定溶液滴定。

### 7.2 试剂

7.2.1 氟化钠。

7.2.2 氨水溶液：1+1。

7.2.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液（pH≈6）。

7.2.4 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液： $c(\text{EDTA})=0.05\text{ mol/L}$ 。

7.2.5 氯化锌标准滴定溶液： $c(\text{ZnCl}_2)=0.10\text{ mol/L}$ 。

7.2.6 二甲酚橙指示液：2 g/L。

### 7.3 分析步骤

量取 5.00 mL 试料溶液（见 4.3.2），置于 250 mL 锥形瓶中。加入 40 mL 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液，用水稀释至约 120 mL。加入 6 滴～7 滴二甲酚橙指示液，用氨水溶液中和至溶液变为蓝紫色。加入 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液，加热煮沸 3 min，冷却后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。再加入约 1.5 g 氟化钠，加热煮沸 3 min，冷却后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，记取第二次滴定时消耗氯化锌标准滴定溶液的体积。

### 7.4 结果计算

三氧化二铝（ $\text{Al}_2\text{O}_3$ ）质量分数  $w_3$ ，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{VcM}{m \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$V$ ——第二次滴定时消耗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）；

$m$ ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

$M$ ——三氧化二铝的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=50.98$ ）。

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 0.80 %。

## 8 氧化钾（ $\text{K}_2\text{O}$ ）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 766.5 nm 处测定试料溶液中的钾，用工作曲线法定量。标准溶液系列与试料溶液的酸度应控制一致，以消除不同酸度对测定的影响。共存元素对测定无干扰。

8.2 试剂

8.2.1 硫酸溶液：1+2。

8.2.2 氧化钾（K<sub>2</sub>O）标准储备溶液：1 mg/mL。

称取 1.583 g 于 500 ℃～600 ℃灼烧至恒量的基准氯化钾，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，贮于聚乙烯塑料瓶中。

8.2.3 氧化钾（K<sub>2</sub>O）标准溶液：100 μg/mL。

量取 100.00 mL 氧化钾标准溶液（见 8.2.2），置于 1 000 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：附有钾空心阴极灯。

8.4 分析步骤

8.4.1 工作曲线的绘制

取 6 个 100 mL 容量瓶，分别加入 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 氧化钾标准溶液（见 8.2.3）。在每个容量瓶中各加入 1 mL 硫酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

按仪器工作条件，使用空气-乙炔火焰，以不加入氧化钾标准溶液的空白溶液调零，于波长 766.5 nm 处分别测定氧化钾标准溶液系列的吸光度。

以上述溶液中氧化钾的浓度（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

量取一定量的试料溶液（见 4.3.2），按 8.4.1 中第二段的规定测定溶液的吸光度值，从工作曲线上查出或用线性回归方程计算出被测溶液中氧化钾的浓度。

8.5 结果计算

氧化钾（K<sub>2</sub>O）质量分数  $w_4$ ，按公式（4）计算：

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

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氧化钾的浓度的数值，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 0.002 5%。

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，在一定的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（见 4.2），精确至 0.000 1 g。置于已预先在 800 ℃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 1 h。取出坩埚，稍冷后放入干燥器中，冷却至室温后称量。

9.3 结果计算

烧失量质量分数  $w_5$ ，按公式（5）计算：

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

式中：

$m_1$ ——灼烧前坩埚和试样的质量的数值，单位为克（g）；

$m_2$ ——灼烧后坩埚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 0.20 %。

---

中 华 人 民 共 和 国  
化 工 行 业 标 准  
镍系气相苯加氢催化剂化学成分分析方法

HG/T 4856—2015

出版发行：化学工业出版社

（北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011）

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{3}{4}$  字数15.1千字

2015年11月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2092

---

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

---

定价：12.00 元

版权所有 违者必究