

ICS 71. 100. 99  
G 74  
备案号:30127—2011

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2781—2010  
代替 HG/T 2781—1996

---

### 一氧化碳耐硫变换催化剂 中钴钼含量的测定

Determination of cobalt and molybdenum content  
in sulfur-tolerant carbon monoxide shift catalysts

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准代替 HG/T 2781—1996《一氧化碳耐硫变换催化剂中钴钼含量的测定》。

本标准与 HG/T 2781—1996 相比主要变化如下：

- 扩大了标准的适用范围；
- 增加了安全提示；
- 增加了“采样”章节的内容；
- 修改了测定氧化钴质量分数的部分内容；
- 修改了测定三氧化钼质量分数的部分内容；
- 修改了计算公式。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会化肥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、湖北双雄催化剂有限公司、湖南衡阳市化工研究所有限公司、福大化肥催化剂国家工程研究中心、山东齐鲁科力化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：冯俊婷、李辉、刘春娣、贺艳、吴小莲、曹文珠。

本标准为第一次修订。

## 一氧化碳耐硫变换催化剂中钴钼含量的测定

### 1 范围

本标准规定了一氧化碳耐硫变换催化剂中的氧化钴和三氧化钼的测定方法。

本标准适用于钴钼系列的一氧化碳耐硫变换催化剂。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002, neq ISO 6353-1 : 1982)

GB/T 6003.1—1997 金属丝编织网试验筛(idt ISO 3310-1 : 1990)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008, mod ISO 3696 : 1987)

HG/T 2779 一氧化碳耐硫变换催化剂(低压部分)

### 3 一般规定

**安全提示**——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。

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

### 4 采样

#### 4.1 实验室样品

按 HG/T 2779 中的采样规定取得。

#### 4.2 试样

##### 4.2.1 仪器

4.2.1.1 试验筛:150  $\mu\text{m}$ ,符合 GB/T 6003.1—1997 中 R40/3 系列;

4.2.1.2 称量瓶:70 mm $\times$ 35 mm。

##### 4.2.2 操作步骤

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至粒径约 1 mm。再用四分法分取约 10 g,继续研细,使试样全部通过试验筛(4.2.1.1),置于称量瓶(4.2.1.2)中。将试样在 105  $^{\circ}\text{C}$ ~110  $^{\circ}\text{C}$  的鼓风干燥箱中烘 2 h,取出放入干燥器中,冷却至室温,备用。

#### 4.3 试料溶液的制备

##### 4.3.1 试剂

硫酸溶液:1+1。

##### 4.3.2 操作步骤

称取约 0.1 g 试样(4.2),精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 烧杯中,用少量水润湿,在通风橱内,加入 10 mL 硫酸溶液,盖上表面皿,缓慢加热(保持微沸)至试料溶解完全。冷却后,用水冲洗表面皿和烧杯内壁。将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

## 5 氧化钴质量分数的测定 亚硝基-R 盐分光光度法

## 5.1 原理

在 pH 值为 5.5~6.0 的乙酸钠溶液中,在加热条件下,钴(II)与亚硝基-R 盐生成稳定的可溶性红色配合物,于波长 530 nm 处测量其吸光度,根据工作曲线或回归方程式计算出试液中氧化钴的质量。铁与显色剂生成的有色配合物对测定有干扰,加入硫酸予以消除。

## 5.2 试剂

5.2.1 乙酸钠溶液:500 g/L,过滤后使用。

5.2.2 硫酸溶液:1+3。

5.2.3 亚硝基-R 盐(1-亚硝基-2-萘酚-3,6-二磺酸钠)溶液:2 g/L,过滤后贮于棕色瓶中。

5.2.4 氧化钴(CoO)标准溶液(500 μg/mL):将硫酸钴(CoSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O)于 500℃~550℃灼烧至恒重,称取 1.034 2 g 灼烧后的无水硫酸钴置于 250 mL 烧杯中,加水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.2.5 氧化钴(CoO)标准溶液(50 μg/mL):量取 10.00 mL 氧化钴标准溶液(5.2.4)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

## 5.3 仪器

分光光度计:具有 530 nm 波长。

## 5.4 分析步骤

## 5.4.1 工作曲线的绘制

量取氧化钴标准溶液(5.2.5)0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL,分别置于 5 只 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 乙酸钠溶液(5.2.1),边摇动边慢慢加入 5 mL 亚硝基-R 盐溶液(5.2.3),置沸水浴中加热约 2 min,取出后,立即加入 5 mL 硫酸溶液(5.2.2),摇匀。冷却至室温后,将此溶液移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,放置 20 min。

以不加氧化钴标准溶液的空白溶液为参比,用 0.5 cm 吸收池,于 530 nm 波长处测定标准溶液系列的吸光度。

以上述溶液中氧化钴的质量为横坐标,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。

## 5.4.2 测定

量取一定量的试料溶液,使其相应的氧化钴质量为 50 μg~200 μg,置于 100 mL 烧杯中,后续操作按照 5.4.1 中“加 10 mL 乙酸钠溶液(5.2.1)……放置 20 min”所述步骤进行。

以不加氧化钴标准溶液的空白溶液为参比,用 0.5 cm 吸收池,于 530 nm 波长处测定溶液的吸光度。

从工作曲线上查出或通过回归方程式计算出被测溶液中氧化钴的质量。

## 5.5 结果计算

氧化钴(CoO)的质量分数  $w_1$ ,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中:

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

$m_0$ ——分取试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.10 %。

## 6 三氧化钼质量分数的测定 硫氰酸盐分光光度法

### 6.1 原理

在硫酸介质中,用抗坏血酸将六价钼还原为五价钼,五价钼与硫氰酸盐生成橙红色的配合物,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。

三价铁与硫氰酸盐生成血红色配合物,加入还原剂后,三价铁被还原为二价铁,不影响测定。一定量铁的存在可使显色迅速完成,且有助于钼保持在五价状态。

### 6.2 试剂

#### 6.2.1 磷酸。

#### 6.2.2 硫酸溶液:1+1。

#### 6.2.3 硫酸溶液:1+2。

#### 6.2.4 硫酸铁铵溶液(5 g/L):每升溶液中含 50 mL 磷酸(6.2.1)和 100 mL 硫酸溶液(6.2.2)。

#### 6.2.5 硫氰酸铵溶液:100 g/L。

#### 6.2.6 抗坏血酸溶液:50 g/L,用时现配。

#### 6.2.7 三氧化钼( $\text{MoO}_3$ )标准溶液(500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):称取 0.500 g 预先于 500 $^{\circ}\text{C}$ ~550 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧至恒重的三氧化钼,置于 200 mL 烧杯中,加 100 mL 硫酸溶液(6.2.2),在通风橱内加热溶解后,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。

#### 6.2.8 三氧化钼( $\text{MoO}_3$ )标准溶液(50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):量取 10.00 mL 三氧化钼标准溶液(6.2.7),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

### 6.3 仪器

分光光度计:具有 465 nm 波长。

### 6.4 分析步骤

#### 6.4.1 工作曲线的绘制

量取三氧化钼标准溶液(6.2.8)0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL,分别置于 5 个预先加入 10 mL 硫酸铁铵溶液(6.2.4)的 50 mL 容量瓶中,加入 9 mL 硫酸溶液(6.2.3),冷却至室温,再加入 10 mL 硫氰酸铵溶液(6.2.5)、10 mL 抗坏血酸溶液(6.2.6),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。

以不加三氧化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。

以上述溶液中三氧化钼的质量为横坐标,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。

#### 6.4.2 测定

量取一定量的试料溶液,使其相应的三氧化钼质量为 50  $\mu\text{g}$ ~200  $\mu\text{g}$ ,置于已预先加入 10 mL 硫酸铁铵溶液(6.2.4)的 50 mL 容量瓶中,后续操作按照 6.4.1 中“加入 9 mL 硫酸溶液(6.2.3)……放置 30 min”所述步骤进行。

以不加三氧化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三氧化钼的质量。

### 6.5 结果计算

三氧化钼( $\text{MoO}_3$ )的质量分数  $w_2$ ,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$m$ ——从工作曲线上查得或通过回归方程式计算出的三氧化钨的质量的数值，单位为微克( $\mu\text{g}$ )；

$m_0$ ——分取试料的质量的数值，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值应不大于 0.10 %。

中华人民共和国

化工行业标准

一氧化碳耐硫变换催化剂中钴钼含量的测定

HG/T 2781—2010

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)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$  字数9千字

2011年3月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0894

---

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:10.00元

版权所有 违者必究