ICS 71.100.99
G 74
备案号:16305—2005

HG

中华人民共和国化工行业标准

标准分享网
www.bzfxw.com
免费 专业 丰富

HG/T 3553—2005
代替 HG/T 3553—1981

一氧化碳低温变换催化剂化学成分分析方法

Analytical method of chemical composition in low temperature carbon monoxide shift catalyst

2005-07-10 发布　　2006-01-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前　言

本标准代替 HG/T 3553—1981《联醇及低温变换催化剂化学成分分析方法》。

本标准与 HG/T 3553—1981 相比主要变化如下：

——标准名称修订为：一氧化碳低温变换催化剂化学成分分析方法；

——标准范围改为一氧化碳低温变换催化剂；

——增加了安全提示；

——部分量纲的修改；

——增加了烧失量质量分数的测定（见第 12 章）。

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标准化分技术委员会（SAC/TC105/SC1）归口。

本标准起草单位：中国石化集团南京化学工业有限公司催化剂厂。

本标准主要起草人：施燕飞、贡江华、吕拴友。

本标准于 1981 年首次发布为化工部部颁标准，标准编号为 HG 1-1428—1981；1997 年转化为推荐性化工行业标准，标准编号为 HG/T 3553—1981；本次为第一次修订。

一氧化碳低温变换催化剂化学成分分析方法

1 范围

本标准规定了一氧化碳低温变换催化剂以及化学组成相同的催化剂化学成分的分析方法。

本标准适用于一氧化碳低温变换催化剂中的氧化锌、氧化铜、三氧化二铝、三氧化二铁、氧化钠、烧失量质量分数的测定。

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 6003.1—1997 金属丝编制网试验筛(eqv ISO 3310-1：1990)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992，neq ISO 3696：1987)

HG 3556 一氧化碳低温变换催化剂

HG/T 3696.1—2002 无机化工产品 化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.3—2002 无机化工产品 化学分析用制剂及制品的制备

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。试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 HG/T 3696.1—2002、HG/T 3696.3—2002 的规定制备。

4 采样

4.1 实验室样品

按 HG 3556 中的采样规定取得。

4.2 试样

将实验室样品混合均匀，用四分法分取约 40 g，在瓷研钵内全部破碎研细，再用四分法分取约 20 g，继续研细至全部通过 150 μm 试验筛(符合 GB/T 6003.1—1997 中 R40/3 系列)，置于称量瓶中，备用。

4.3 试料溶液的制备

4.3.1 试剂

4.3.1.1 盐酸溶液：1+1。

4.3.1.2 盐酸溶液：1+100。

4.3.2 操作步骤

称取约 0.5 g 试样(4.2)，精确至 0.000 1 g，置于 250 mL 烧杯中，用水润湿，加 20 mL 盐酸溶液(4.3.1.1)，盖上表皿，加热使试料完全溶解。冷却后用水冲洗表皿及烧杯壁，加 50 mL～100 mL 水，加热至 60 ℃～80 ℃，用中速滤纸过滤，以热的盐酸溶液(4.3.1.2)洗涤滤纸 6～8 次，滤液及洗液移入 250 mL 容量瓶中，冷却至室温后，用水稀释至刻度，摇匀。

5 氧化锌(ZnO)质量分数的测定——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)滴定法

5.1 原理

在 pH 5.7 的条件下，用硫代硫酸钠掩蔽铜，氟化钠掩蔽铝，以二甲酚橙为指示剂，用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定试料溶液中的锌。

5.2 试剂

5.2.1 氟化钠。

5.2.2 氨水溶液：1+1。

5.2.3 硫代硫酸钠溶液：100 g/L。

5.2.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH≈6)：称取 100 g 乙酸钠($CH_3COONa \cdot 3H_2O$)，溶于水，加 5.7 mL 冰乙酸，稀释至 500 mL。

5.2.5 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液：c(EDTA)=0.02 mol/L。

5.2.6 二甲酚橙指示液：2 g/L。

5.3 分析步骤

量取 25.00 mL 试料溶液(4.3)，置于 250 mL 烧杯中，加约 1 g 氟化钠，用氨水溶液(5.2.2)中和至有浑浊出现，加 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(5.2.4)、10 mL 硫代硫酸钠溶液(5.2.3)、2～3 滴二甲酚橙指示液(5.2.6)，用水稀释至 80 mL～100 mL，用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液(5.2.5)滴定至溶液由橙红色变为黄色即为终点。

5.4 结果计算

氧化锌(ZnO)的质量分数 W_1，数值以%表示，按式(1)计算：

$$W_1=\frac{VcM}{m\times1000}\times100=\frac{VcM}{m\times10} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

V——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液(5.2.5)体积的数值，单位为毫升(mL)；

c——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

m——分取试料质量的数值，单位为克(g)；

M——氧化锌摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)(M=81.38)。

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 0.3%。

6 氧化铜(CuO)质量分数的测定——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)滴定法

6.1 原理

在 pH 9.2 的条件下，用氟化钠掩蔽铝，用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)络合滴定试料溶液中的铜、锌合量，减去锌量，即为铜量。

6.2 试剂

6.2.1 乙醇。

6.2.2 氟化钠。

6.2.3 氨水溶液：1+1。

6.2.4 氨-氯化铵缓冲溶液(pH≈10)：称取 26.7 g 氯化铵，溶于水，加 36 mL 氨水，稀释至 500 mL。

6.2.5 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液：c(EDTA)=0.02 mol/L。

6.2.6 PAN 指示液[1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚](2 g/L)：称取 0.2 g PAN，溶于 100 mL 乙醇中。

6.3 分析步骤

量取 25.00 mL 试料溶液(4.3)，置于 250 mL 烧杯中，加约 1 g 氟化钠(6.2.2)，用氨水溶液(6.2.3)中和至溶液呈蓝色，加 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液(6.2.4)、5 滴 PAN 指示液(6.2.6)、15 mL 乙醇

(6.2.1)，用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液(6.2.5)滴定至溶液由紫色变为绿黄色即为终点。

6.4 结果计算

氧化铜(CuO)的质量分数 W_2，数值以%表示，按式(2)计算：

$$W_2=\frac{(V_2-V_1)cM}{m\times1000}\times100=\frac{(V_2-V_1)cM}{m\times10} \quad\cdots\cdots(2)$$

式中：

V_1——滴定锌耗用的乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液(6.2.5)体积的数值(见5.4)，单位为毫升(mL)；

V_2——滴定铜锌耗用的乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液(6.2.5)体积的数值，单位为毫升(mL)；

c——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

m——分取试料质量的数值，单位为克(g)；

M——氧化铜摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)(M=79.55)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于0.3%。

7 三氧化二铝(Al_2O_3)质量分数的测定——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)滴定法

7.1 原理

在pH 5.7条件下，加乙二胺四乙酸二钠(EDTA)络合试料溶液中的铝和其他金属离子，过量的乙二胺四乙酸二钠(EDTA)用锌标准溶液回滴。加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)用锌标准溶液滴定。

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)：称取100 g乙酸钠($CH_3COONa\cdot3H_2O$)，溶于水，加5.7 mL冰乙酸，稀释至500 mL。

7.2.4 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液(约为0.02 mol/L)：称取8.0 g乙二胺四乙酸二钠(EDTA)，用1 000 mL水加热溶解，冷却，摇匀。

7.2.5 氯化锌标准滴定溶液：$c(ZnCl_2)$=0.02 mol/L。

7.2.6 二甲酚橙指示液：2 g/L。

7.3 分析步骤

量取25.00 mL试料溶液(4.3)，置于250 mL锥形瓶中，加35 mL乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液(7.2.4)、10滴二甲酚橙指示液(7.2.6)，用氨水溶液(7.2.2)中和至溶液变为蓝紫色，再加10 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液(7.2.3)，加热煮沸3min，冷却后用氯化锌标准滴定溶液(7.2.5)滴定至溶液由黄绿色变为浅棕色为终点。加约1 g氟化钠，加热煮沸3min，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，记取第二次滴定时氯化锌标准滴定溶液耗用体积。

7.4 结果计算

三氧化二铝(Al_2O_3)的质量分数 W_3，数值以%表示，按式(3)计算：

$$W_3=\frac{VcM}{m\times1000}\times100=\frac{VcM}{m\times10} \quad\cdots\cdots(3)$$

式中：

V——第二次滴定时耗用的氯化锌标准滴定溶液(7.2.5)体积的数值，单位为毫升(mL)；

c——氯化锌标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

m——分取试料质量的数值，单位为克(g)；

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

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%。

8 三氧化二铁(Fe_2O_3)质量分数的测定——原子吸收分光光度法(仲裁法)

8.1 原理

用原子吸收分光光度法，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。

8.2 试剂

8.2.1 盐酸溶液：1+1。

8.2.2 三氧化二铁标准溶液(100 μg/mL)：称取0.100 g于900 ℃灼烧至恒重的三氧化二铁，置于250 mL烧杯中，加20 mL盐酸溶液(8.2.1)，加热使之完全溶解，移入1 000 mL容量瓶中，冷却至室温，用水稀释至刻度，摇匀。

8.3 仪器

原子吸收分光光度计：附有铁空心阴极灯。

8.4 分析步骤

8.4.1 工作曲线的绘制

取七个100 mL容量瓶，分别加入三氧化二铁标准溶液(8.2.2)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL，各加4 mL盐酸溶液(8.2.1)，用水稀释至刻度，摇匀。

按仪器工作条件，用空气-乙炔火焰，于波长248.3 nm处以不加入三氧化二铁标准溶液的空白溶液调零，测定溶液的吸光度。

以上述溶液中三氧化二铁的质量为横坐标，对应的吸光度值为纵坐标，绘制工作曲线。

8.4.2 测定

量取10.00 mL试料溶液(4.3)，置于100 mL容量瓶中，加4 mL盐酸溶液(8.2.1)，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，从工作曲线上查出被测溶液中三氧化二铁的质量。

8.5 结果计算

三氧化二铁(Fe_2O_3)的质量分数W_4，数值以%表示，按式(4)计算：

$$W_4=\frac{m_1\times10^{-6}}{m}\times100 \quad\cdots\cdots(4)$$

式中：

m_1——从工作曲线上查得被测溶液中三氧化二铁质量的数值，单位为微克(μg)；

m——分取试料质量的数值，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0.005%。

9 三氧化二铁(Fe_2O_3)质量分数的测定——邻菲啰啉分光光度法

9.1 原理

在pH 4的条件下，用盐酸羟胺还原三价铁为二价铁，二价铁与邻菲啰啉生成红色络合物，用分光光度法，在波长510 nm处测其吸光度值。试料溶液中含铁在0 μg/mL～50 μg/mL范围内符合比尔定律。铜对测定有干扰，加入柠檬酸予以消除。

9.2 试剂

9.2.1 盐酸羟胺溶液：100 g/L。

9.2.2 柠檬酸溶液(150 g/L)：称取15.0 g柠檬酸用水溶解并稀释至100 mL，用300 g/L氢氧化钠调至pH4.0。

9.2.3 邻菲啰啉溶液(15 g/L):称取 1.5 g 邻菲啰啉,用适量水并加 1 mL 盐酸溶解,用水稀释至 100 mL。

9.2.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH≈4):称取 27.2 g 乙酸钠($CH_3COONa \cdot 3H_2O$),溶于水,加 46 mL 冰乙酸,用水稀释至 500 mL。

9.2.5 三氧化二铁标准溶液(100 μg/mL):称取 0.100 g 于 900 ℃灼烧至恒重的三氧化二铁,置于 250 mL 烧杯中,加 20 mL 盐酸溶液(1+1),加热使之完全溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,冷却至室温,用水稀释至刻度,摇匀。

9.2.6 三氧化二铁标准溶液(10 μg/mL):量取 10.00 mL 三氧化二铁标准溶液(9.2.5),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

9.3 仪器

分光光度计:具有 510 nm 波长。

9.4 分析步骤

9.4.1 工作曲线的绘制

取七个 50 mL 容量瓶,分别加入三氧化二铁标准溶液(9.2.6)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL,各加 10 mL 柠檬酸溶液(9.2.2)、5 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(9.2.4)、4 mL 盐酸羟胺溶液(9.2.1)、10 mL 邻菲啰啉溶液(9.2.3),用水稀释至刻度,摇匀,放置 30min。

用 3 cm 吸收池,以不加入三氧化二铁标准溶液的空白溶液为参比,于波长 510 nm 处测定溶液的吸光度。

以上述中三氧化二铁的质量为横坐标,对应的吸光度值为纵坐标,绘制工作曲线。

9.4.2 测定

量取 10.00 mL 试料溶液(4.3),置于 50 mL 容量瓶中,加 10 mL 柠檬酸溶液(9.2.2)、5 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(9.2.4)、4 mL 盐酸羟胺溶液(9.2.1)、10 mL 邻菲啰啉溶液(9.2.3),用水稀释至刻度,摇匀,放置 30min。按 9.4.1 中第二段的规定测定溶液的吸光度,从工作曲线上查出被测溶液中三氧化二铁的质量。

9.5 结果计算

三氧化二铁(Fe_2O_3)的质量分数 W_5,数值以%表示,按式(5)计算:

$$W_5 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \cdots\cdots (5)$$

式中:

m_1——从工作曲线上查得被测溶液中三氧化二铁质量的数值,单位为微克(μg);

m——分取试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。平行测定结果的绝对差值应不大于 0.005%。

10 氧化钠(Na_2O)质量分数的测定——原子吸收分光光度法(仲裁法)

10.1 原理

用原子吸收分光光度法,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。共存元素铜、锌、铝对测定无干扰。

10.2 试剂

10.2.1 氧化钠标准溶液(1 mg/mL):称取 1.886 g 于 500 ℃~600 ℃灼烧至恒重的氯化钠,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。

10.2.2 氧化钠标准溶液(100 μg/mL):量取 10.00 mL 氧化钠标准溶液(10.2.1),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

10.3 仪器

原子吸收分光光度计：附有钠空心阴极灯。

10.4 分析步骤

10.4.1 工作曲线的绘制

取七个 100 mL 容量瓶，分别加入氧化钠标准溶液(10.2.2)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL，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为横坐标，对应的吸光度值为纵坐标，绘制工作曲线。

10.4.2 测定

量取 10.00 mL 试料溶液(4.3)，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。按 10.4.1 中第二段的规定测定溶液的吸光度。从工作曲线上查出被测溶液中氧化钠的质量。

10.5 结果计算

氧化钠(Na_2O)的质量分数 W_6，数值以%表示，按式(6)计算：

$$W_6=\frac{m_1\times10^{-6}}{m}\times100 \quad\cdots\cdots(6)$$

式中：

m_1——从工作曲线上查得被测溶液中氧化钠质量的数值，单位为微克(μg)；

m——分取试料质量的数值，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。氧化钠质量分数在 0.1%～1%之间，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.03%；氧化钠质量分数在 0.01%～0.1%之间，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.015%。

11 氧化钠(Na_2O)质量分数的测定——火焰光度法

11.1 原理

用火焰光度法直接测定试料溶液中的钠，用工作曲线法定量。共存元素铜、锌、铝对测定无干扰。标准系列溶液与试料溶液的酸度应保持一致。

11.2 试剂

11.2.1 盐酸溶液：1+1。

11.2.2 氧化钠标准溶液(1 mg/mL)：称取 1.886 g 于 500 ℃～600 ℃灼烧至恒重的氯化钠，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。

11.2.3 氧化钠标准溶液(100 μg/mL)：量取 10.00 mL 氧化钠标准溶液(11.2.2)，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

11.3 仪器

火焰光度计：附有钠干涉滤光片。

11.4 分析步骤

11.4.1 工作曲线的绘制

取七个 100 mL 容量瓶，分别加入氧化钠标准溶液(11.2.3)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL。在每个容量瓶中，各加 4 mL 盐酸溶液(11.2.1)，用水稀释至刻度，摇匀。

按仪器工作条件，以不加入氧化钠标准溶液的空白溶液调零，测定标准系列溶液钠谱线的发射强度。

以上述溶液中氧化钠的质量为横坐标，对应的发射强度值为纵坐标，绘制工作曲线。

11.4.2 测定

量取 10.00 mL 试料溶液(4.3)，置于 100 mL 容量瓶中，加 4 mL 盐酸溶液(11.2.1)，用水稀释至刻

度，摇匀。按 11.4.1 中第二段的规定测定钠谱线发射强度，从工作曲线上查出被测溶液中氧化钠的质量。

11.5 结果计算

氧化钠(Na_2O)的质量分数 W_7，数值以%表示，按式(7)计算：

$$W_7=\frac{m_1\times10^{-6}}{m}\times100 \quad \cdots\cdots (7)$$

式中：

m_1——从工作曲线上查得被测溶液中氧化钠质量的数值，单位为微克(μg)；

m——分取试料质量的数值，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。氧化钠质量分数在 0.1%～1%之间，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.03%；氧化钠质量分数在 0.01%～0.1%之间，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.015%。

12 烧失量质量分数的测定

12.1 原理

将盛有试料的瓷坩埚置于高温电炉内，在一定的温度下，保持一定的时间，测定试料所失去的质量。

12.2 分析步骤

称取 1 g～2 g 试样(4.2)，精确至 0.000 1 g，置于预先在 500 ℃灼烧至恒重的瓷坩埚内，并将盖斜置于坩埚上，放在高温炉内逐渐升温至 500 ℃，并保持 1 h，取出坩埚，稍冷后放入干燥器中，冷却至室温后称量，精确至 0.000 1 g。

12.3 结果计算

烧失量的质量分数 W_8，数值以%表示，按式(8)计算：

$$W_8=\frac{m_1-m_2}{m_0}\times100 \quad \cdots\cdots (8)$$

式中：

m_1——灼烧前试料与坩埚质量的数值，单位为克(g)；

m_2——灼烧后试料与坩埚质量的数值，单位为克(g)；

m_0——试料质量的数值，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。当烧失量质量分数大于 10.0%时，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.3%；当烧失量质量分数小于或等于 10.0%时，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.25%。