

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG / T 2515 — 93

**有机硫加氢催化剂活性组份
分 析 方 法**

1993-09-09 发布

1994-07-01 实施

中华人民共和国化学工业部 发 布

分 析 方 法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了有机硫加氢催化剂中钴、钼含量的分析方法

本标准适用于有机硫加氢催化剂 T 201、T (T) 203 型催化剂产品中活性组份钴、钼的化学分析。

2 引用标准

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 一般规定

本标准所采用试剂的纯度除有特殊说明外，均为分析纯试剂；实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规格。

4 试样的制备

将实验室样品混合均匀，用四分法分取约 40 g，在瓷研钵中全部破碎研细。再用四分法分取约 20 g，继续研细至能全部通过 125 μm 试验筛（符合 GB 6003，R40/3 系列孔径尺寸），放入称量瓶中备用。

5 试料溶液的制备

5.1 方法提要

试料用硫酸溶解，过滤除去酸不溶物，用水稀释至一定体积，备用。

5.2 试剂和溶液

硫酸 (GB/T 625) 溶液：1+1。

5.3 仪器

实验室一般仪器。

5.4 制备步骤

称取约 0.10 g 试样，精确至 0.000 1 g，置于 250 mL 烧杯中，用少量水润湿。加入 10 mL 硫酸，盖上表面皿，缓慢加热至试料完全溶解。稍冷后用水冲洗表面皿及烧杯壁，至烧杯中溶液的体积约为 50 mL，用中速滤纸过滤此溶液于 100 mL 容量瓶中，用热水冲洗滤纸，至滤液不呈酸性为止。待溶液冷却到室温，用水稀释至刻度，摇匀备用。

6 钴含量的测定

6.1 方法提要

试液中的二价钴在 pH 值为 5.5 至 6 的条件下, 与亚硝基 R 盐生成红色络合物, 用分光光度法进行测定。

6.2 试剂和溶液

6.2.1 硫酸钴 ($\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ HG/T 3—914)。

6.2.2 硫酸 (GB/T 625) 溶液: 1+1。

6.2.3 乙酸钠 (GB/T 693) 溶液: 450 g/L。

6.2.4 硝酸 (GB/T 626) 溶液: 1+1。

6.2.5 钴标准溶液: 500 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 参照 GB/T 602 配制。

称取 1.315 g 无水硫酸钴 (用 $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 在 500~550℃ 灼烧至恒重), 溶于水, 移入 1000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

6.2.6 钴标准溶液: 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

准确吸取 10 mL 钴标准溶液 (6.2.5) 于 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

6.2.7 亚硝基 R 盐溶液: 2 g/L。

6.3 仪器

6.3.1 实验室一般仪器。

6.3.2 分光光度计。

6.4 分析步骤

6.4.1 工作曲线的绘制

准确吸取钴标准溶液 (6.2.6) 0, 1.0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0 mL 分别置于 6 只 100 mL 容量瓶中, 各加 10 mL 乙酸钠溶液, 10 mL 亚硝基 R 盐溶液, 5 滴硝酸溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀。常温下放置 15 min, 用分光光度计在 490 nm 波长下, 以 2 cm 吸收池, 空白溶液作参比, 逐一测定标准显色溶液的吸光度。以钴质量作横坐标, 吸光度作纵坐标, 绘制工作曲线。

6.4.2 测定

准确吸取 2.0 mL 试料溶液于 100 mL 容量瓶中, 加 10 mL 乙酸钠溶液, 10 mL 亚硝基 R 盐溶液, 5 滴硝酸溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀。常温下放置 15 min, 用分光光度计在与标准显色溶液相同条件下测定被显色溶液的吸光度。

根据溶液的吸光度值从工作曲线上查得对应的钴质量。

6.5 分析结果的表述

钴含量以质量百分数 ($X_1\%$) 表示, 按 (1) 式计算:

$$X_1 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m \times \frac{2}{100}} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1 ——工作曲线上查得钴质量, μg ;

m ——试料质量, g。

所得结果应表示至二位小数。

6.6 允许差

两次平行测定结果绝对差值应不大于 0.15%。

7 三氧化钼含量的测定 (方法 I、II 具有同等效力)

7.1 方法提要

7.1.1 方法 I

在酸性溶液中,以硫脲作还原剂将六价钼还原成五价钼。五价钼与硫氰酸盐生成棕红色络合物,用分光光度法进行测定。

7.1.2 方法 II

在酸性溶液中,用抗坏血酸将六价钼还原成五价钼。五价钼与硫氰酸盐生成血红色络合物,用分光光度法进行测定。

三价铁与硫氰酸盐生成血红色络合物,加入还原剂后,三价铁被还原成二价铁,不再影响测定。一定量铁的存在可使显色反应迅速完成,且有助于钼保持五价状态。

7.2 试剂和溶液

7.2.1 三氧化钼。

7.2.2 氢氧化钠 (GB/T 629) 溶液: 250 g/L。

7.2.3 柠檬酸 (GB/T 9855) 溶液: 350 g/L。

7.2.4 硫酸 (GB/T 625) 溶液: 1+1。

7.2.5 硫脲 (HG 3—979) 溶液: 100 g/L。

7.2.6 硫酸铁铵 (GB/T 1279) 溶液: 60 g/L。

7.2.7 硫酸 (GB/T 625) 溶液: 1+3。

7.2.8 抗坏血酸溶液: 100 g/L, 贮存于棕色瓶中, 有效期 7 d。

7.2.9 三氧化钼标准溶液: 500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

称取 0.500 g 三氧化钼于烧杯中, 加 10 mL 氢氧化钠溶液, 加热进行溶解, 冷却后移入 1000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

7.2.10 三氧化钼标准溶液: 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

准确吸取 50 mL 三氧化钼标准溶液 (7.2.9) 于 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

7.2.11 硫氰酸钾 (GB/T 648) 溶液: 350 g/L。

7.3 仪器

7.3.1 实验室一般仪器。

7.3.2 分光光度计。

7.4 分析步骤

7.4.1 方法 I

7.4.1.1 工作曲线的绘制

准确吸取三氧化钼标准溶液 (7.2.10) 0, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 mL, 分别置于 6 只 100 mL 容量瓶中。各加 10 mL 柠檬酸溶液, 20 mL 硫酸溶液 (7.2.4), 10 mL 硫脲溶液, 放置 5 min, 再加 10 mL 硫氰酸钾溶液, 摇匀。放置 15 min, 加水摇动, 再加水稀释至刻度, 摇匀。常温下放置 15 min, 用分光光度计在 460 nm 波长下, 以 2 cm 吸收池, 空白液作参比, 逐一测定标准显色溶液的吸光度。以三氧化钼质量作横坐标, 吸光度作纵坐标。绘制工作曲线。

7.4.1.2 测定

准确吸取 2.0 mL 试料溶液于 100 mL 容量瓶中, 加 10 mL 柠檬酸溶液, 20 mL 硫酸溶液 (7.2.4), 10 mL 硫脲溶液, 放置 5 min, 再加 10 mL 硫氰酸钾溶液, 摇匀。放置 15 min, 加水稀释并摇动, 再加水至刻度, 摇匀。常温下放置 15 min, 用分光光度计在与标准显色溶液相同条件下测定被显色溶液的吸光度。

根据溶液的吸光度值从工作曲线上查得对应的三氧化钼质量。

7.4.2 方法Ⅱ

7.4.2.1 工作曲线的绘制

准确吸取三氧化钼标准溶液 (7.2.10) 0, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 mL, 分别置于 6 只事先加过 5 mL 硫酸铁铵溶液的 100 mL 容量瓶中。各加 10 mL 硫氰酸钾溶液, 20 mL 硫酸溶液 (7.2.7), 10 mL 抗坏血酸溶液, 加水稀释至刻度, 摇匀。常温下放置 20 min, 用分光光度计在 460 nm 波长下, 以 2 cm 吸收池, 空白液作参比, 逐一测定标准显色溶液的吸光度。以三氧化钼质量作横坐标, 吸光度作纵坐标, 绘制工作曲线。

7.4.2.2 测定

准确吸取 2.0 mL 试料溶液于事先加过 5 mL 硫酸铁铵溶液的 100 mL 容量瓶中。加 10 mL 硫氰酸钾溶液, 20 mL 硫酸溶液 (7.2.7), 10 mL 抗坏血酸溶液, 加水稀释至刻度, 摇匀。常温下放置 20 min, 用分光光度计在与标准显色溶液相同条件下测定被显色溶液的吸光度。

根据溶液的吸光度值从工作曲线上查得对应的三氧化钼质量。

7.5 分析结果的表述

三氧化钼含量以质量百分数 ($X_2\%$) 表示, 按 (2) 式计算。

$$X_2 = \frac{m_2 \times 10^{-6}}{m \times \frac{2}{100}} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_2 ——工作曲线上查得三氧化钼质量, μg ;

m ——试料质量, g。

所得结果应表示至二位小数。

7.6 允许差

两次平行测定结果绝对差值应不大于 0.30%。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由南京化学工业 (集团) 公司研究院归口。

本标准由化学工业部化肥工业研究所负责起草。

本标准主要起草人李继德、张雅琳。