



中华人民共和国专业标准

~~ZB G 75005-88~~

HG/T 3543-88

天然气转化催化剂化学成分分析方法

Analytical method of chemical composition for
natural gas reforming catalysts

1988-04-14 发布

1988-12-01 实施

中华人民共和国化学工业部 发布

中华人民共和国专业标准

天然气转化催化剂化学成分分析方法

ZB G 75005—88

Analytical method of chemical composition for
natural gas reforming catalysts

1 主题内容与适用范围

本标准规定了天然气转化催化剂 Z107, Z108, Z204 和 Z205 等型号以及其他化学成分相似产品的化学分析方法。

本标准适用于天然气转化催化剂中三氧化二铝、氧化镍、二氧化硅、氧化铁、氧化钙、氧化钾和氧化钠含量的测定。

2 引用标准

- HG 1—1500—83 Z102 型天然气一段转化催化剂
- HG 1—1546—84 轻油蒸气转化催化剂化学成分分析方法
- ZB G 75001—86 化肥催化剂微量硫分析方法
- ZB G 75002—86 化肥催化剂微量氯分析方法
- ZB G 75003—86 化肥催化剂烧失重分析方法
- ZB G 75004—86 化肥催化剂水分分析方法

3 分析用试样的制备

将试样混合均匀,用四分法分取试样约 20 g,在瓷研钵中砸碎并研细,使之全部通过 0.125 mm 筛,并将它分为两份,一份保存备查,另一份放入称量瓶中,在烘箱中于 105~110℃ 烘 1 h,取出后在干燥器中冷却,供化学组分分析用。

4 试样的溶解

4.1 方法提要

试样中加入碳酸钠和硼酸的混合熔剂,在高温时熔融,熔融物用稀盐酸浸取,浸取液供铝、镍、铁、硅和钙的测定。

4.2 试剂

所用试剂除指明外,均为分析纯试剂。

- 4.2.1 无水碳酸钠(GB 639—77);
- 4.2.2 硼酸(GB 628—78);
- 4.2.3 混合熔剂:无水碳酸钠:硼酸=2:3,混合磨匀;
- 4.2.4 盐酸(GB 622—77):1+1 溶液。

4.3 仪器

- 4.3.1 试验室一般仪器和容积为 30~50 mL 铂坩埚(附盖)。

4.4 操作步骤

称取烘干后试样 0.5 g (称准至 0.000 2 g), 置于铂坩埚中, 称取混合熔剂 (4.2.3) 5 g (留出少量作覆盖用) 倒入铂坩埚中, 用铂丝搅匀, 覆盖一层混合熔剂后加盖, 放入高温炉中, 在 200℃ 保持 10 min, 然后升温至 950℃ 熔融 2 h。

取出铂坩埚, 冷却后置于 250 mL 烧杯中, 加盐酸 (4.2.4) 25 mL 和水 75 mL, 加热浸取, 待熔融物全部溶解后, 冷至室温, 移至 250 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 摇匀, 供测定氧化铝、氧化镍、氧化硅、氧化铁和氧化钙之用。

5 三氧化二铝含量的测定

5.1 方法提要

在 pH3~5 的溶液中, 加入过量 EDTA 标准溶液, 使铝、镍、铁和钛等离子均与 EDTA 生成络合物, 剩余的 EDTA 溶液用标准氯化锌溶液回滴, 然后加入氟化钠, 将与铝和钛络合的 EDTA 置换出来, 并用标准氯化锌溶液滴定, 测出铝和钛的总含量。

5.2 试剂

所用试剂除指明外, 均为分析纯试剂。

5.2.1 氨水 (GB 631—77): 1+1;

5.2.2 氟化钠 (GB 1264—77);

5.2.3 甲基橙指示剂 (HGB 3089—59): 0.05% 水溶液;

5.2.4 二甲酚橙指示剂 (沪 Q/HG 22—1544—75): 0.1% 水溶液;

5.2.5 冰乙酸 (GB 676—78);

5.2.6 乙酸钠 (GB 693—77);

5.2.7 EDTA 标准溶液: $c(\text{EDTA}) = 0.02 \text{ mol/L}$, 配制方法见 GB 601;

5.2.8 氯化锌标准溶液: $c(\text{ZnCl}_2) = 0.02 \text{ mol/L}$;

5.2.9 乙酸-乙酸钠缓冲溶液: pH5.5, 溶解 50 g 乙酸钠于适量水中, 加冰乙酸 2.5 mL, 然后以水稀释至 1 000 mL, 摇匀。

5.3 仪器

试验室一般仪器。

5.4 操作步骤

准确吸取按第 4 章制备的试样液 10 mL, 放入 250 mL 锥形瓶中, 加入 EDTA 标准溶液 (5.2.7) 20 mL, 甲基橙指示剂一滴, 用氨水 (1+1) 调节至溶液由红色变为黄色, 加缓冲液 (5.2.9) 10 mL, 煮沸 5 min, 用水冷却至室温, 加二甲酚橙指示剂三滴, 用氯化锌标准溶液 (5.2.8) 滴至溶液由黄色变为红色。

加氟化钠约 1 g, 再煮沸 5 min, 用水冷却至室温, 并用标准氯化锌溶液 (5.2.8) 滴至溶液刚由黄色变红色, 记下消耗的体积。

5.5 计算

三氧化二铝 (Al_2O_3) 含量 (X_1) 以质量百分数表示, 按式 (1) 计算:

$$X_1 = \frac{c \cdot V \times 0.05098}{m \times \frac{10}{250}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: c —— 氯化锌标准溶液浓度, mol/L;

V —— 氯化锌标准溶液用量, mL;

m —— 称取试样质量, g;

0.05098 —— 与 $c(\text{ZnCl}_2) = 1.000 \text{ mol/L}$ 的 1.00 mL 氯化锌溶液相当的三氧化二铝质量, g。

5.6 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.30%。