

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2511—93

---

### 甲烷化催化剂化学成份 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

## 甲烷化催化剂化学成份分析方法

**1 主题内容与适用范围**

本标准规定了 J 101、J 105、J 106 Q 型甲烷化催化剂化学成份的分析方法。

本标准适用于甲烷化催化剂中镍、三氧化二铝、氧化镁含量和稀土氧化物总量等化学成份的分析。

**2 引用标准**

GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

**3 试剂和材料**

本标准所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**

将试验室样品混合均匀，用四分法取约 40 g，在瓷研钵中全部破碎研细，再用四分法取约 20 g，继续研细至试样能全部通过 125  $\mu\text{m}$  试验筛，放入称量瓶中。

**5 试料溶液的制备****5.1 方法提要**

试料用硫酸溶解，经过滤除去酸不溶物，滤液稀释至一定体积。

**5.2 试剂和溶液**

5.2.1 硫酸 (GB/T 625) 溶液: 1+1。

5.2.2 硫酸 (GB/T 625): 1+200。

5.2.3 盐酸羟胺 (GB/T 6685) 溶液: 50 g/L。

**5.3 操作步骤**

对于 J 101、J 105 型催化剂，称取 0.5 g 试样；对于 J 106 Q 型催化剂，称取 1 g 试样。均精确至 0.000 1 g，置于 250 mL 烧杯中，用少许水润湿，加 10 mL 硫酸溶液 (5.2.1)，2 mL 盐酸羟胺溶液，盖上表面皿，加热使试料溶解完全，加水至 50~60 mL，搅拌，使可能析出的盐类溶解，必要时可加热至约 50℃，用中速滤纸滤入 250 mL 容量瓶中，用硫酸溶液 (5.2.2) 洗涤烧杯和滤纸 6~8 次，冷却至室温，用水稀释至刻度，摇匀。

**6 镍含量的测定****6.1 方法提要**

用氟化钠掩蔽铝和稀土，准确加入过量 EDTA 标准滴定溶液，调至 pH5~6，以二甲酚橙为指示剂，用氯化锌标准滴定溶液返滴定。

## 6.2 试剂和溶液

6.2.1 氟化钠 (GB/T 1264)。

6.2.2 氨水 (GB/T 631) 溶液: 1+1。

6.2.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液 (pH≈5.7)

称取 100 g 乙酸钠 ( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) (GB/T 693)，溶于适量水中，准确加 4.5 mL 冰乙酸 (GB/T 676)，用水稀释至 1000 mL，摇匀。

6.2.4 EDTA (GB/T 1401) 标准滴定溶液:  $c(\text{EDTA})=0.02 \text{ mol/L}$ ，按 GB/T 601 制备和标定。

6.2.5 氯化锌 (HG/T 3-947) 标准滴定溶液,  $c(\text{ZnCl}_2)=0.02 \text{ mol/L}$ ，参照 GB/T 601 制备和标定。

6.2.6 二甲酚橙指示液: 2 g/L，按 GB/T 603 制备。

## 6.3 分析步骤

准确吸取 25.0 mL 试料溶液，置于 250 mL 锥形瓶中，加入 1 g 氟化钠，加水至约 50 mL，摇匀。准确加入 15.0 mL EDTA 标准滴定溶液，4~5 滴二甲酚橙指示液，滴加氨水溶液 (6.2.2) 至溶液恰变橙色。加 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色恰变为橙色，记下消耗的体积。

## 6.4 分析结果的表述

镍的质量百分数 ( $x_1$ ) 按式 (1) 计算。

$$x_1 = \frac{(V_1 \cdot c_1 - V_2 \cdot c_2) \times 0.05869}{m} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中:  $V_1$ ——加入 EDTA 标准滴定溶液体积, mL;

$c_1$ ——EDTA 标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$V_2$ ——耗用氯化锌标准滴定溶液的体积, mL;

$c_2$ ——氯化锌标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$m$ ——分取试料质量, g;

0.05869——与 1.00 mL EDTA 标准滴定溶液 [ $c(\text{EDTA})=1.000 \text{ mol/L}$ ] 相当的以克表示的镍的质量。

## 6.5 允许差

两次平行测定结果绝对差值应不大于 0.3%。

## 7 三氧化二铝含量的测定 (适用于 J 101、J 105 型甲烷化催化剂)

### 7.1 方法提要

在 pH5~6 的溶液中，加入过量的 EDTA 标准滴定溶液，使其与铝、镍、稀土等离子络合，过量的 EDTA 用氯化锌标准滴定溶液返滴定。加入氟化钠，置换出与铝和稀土络合的 EDTA，释出的 EDTA 用氯化锌标准滴定溶液滴定。滴定的体积为铝和稀土消耗 EDTA 的总体积。然后减去稀土消耗的 EDTA 体积，即可求得铝量。

### 7.2 试剂和溶液

同 6.2 条。

### 7.3 分析步骤

准确吸取 25.0 mL 试料溶液，置于 500 mL 锥形瓶中，加入 40 mL EDTA 标准滴定溶液，用水