

HG

中华人民共和国化学工业部部标准

3555
HG/1-1546-84
1

轻油蒸汽转化催化剂分析方法

1984-09-04发布

1985-10-01实施

中华人民共和国化学工业部 批准

目 录

1	样品的制备	(1)
2	样品溶液的制备	(1)
3	镍含量的测定	(1)
4	铝含量的测定	(2)
5	钙含量的测定	(3)
6	镁含量的测定	(4)
7	铁含量的测定	(6)
8	钛含量的测定	(7)
9	硅含量的测定	(8)
10	钾含量的测定	(10)
11	锆含量的测定	(11)
附录 A	标准溶液的配制	(13)

轻油蒸汽转化催化剂分析方法

本标准适用于轻油蒸汽转化催化剂 Z301 型、Z401 型、Z402 型、Z404 型、Z405 型的化学成分分析。

1 样品的制备

将样品破碎混匀，用四分法取约 20 克，破碎至颗粒直径为 3 毫米左右，再用四分法取出约 10 克，继续研细至全部通过 120 目筛，然后放入称量瓶中，在 105~110℃ 烘 2 小时，置于干燥器中。

2 样品溶液的制备

2.1 方法提要

样品用硼砂-碳酸钠熔融，盐酸浸取后置于容量瓶中，供成分分析使用。

2.2 试剂

2.2.1 硼砂-碳酸钠混合熔剂 (1+1)：称取等量的硼砂 (GB 632—78) 和无水碳酸钠 (GB 639—77) 研细混匀。

2.2.2 盐酸 (GB 622—77)：1+1 溶液。

2.3 仪器

铂坩埚：30~50 毫升。

2.4 操作步骤

准确称取按本标准第 1 章制备的样品 0.2000 克，置于盛有 6 克硼砂-碳酸钠混合熔剂的铂坩埚中，用细头玻璃棒混匀后，用 1 小块定量滤纸擦净玻璃棒，将滤纸放入坩埚内，再盖上 2 克硼砂-碳酸钠混合熔剂，然后盖上坩埚盖，敲实后，置于高温炉中，由室温升至 950℃ 熔融 1 小时。取出冷却，然后将坩埚放入 250 毫升烧杯中，加入 1+1 盐酸 45 毫升，微加热，待熔块全部浸脱后，用热水洗净坩埚及盖，稍加热使溶液透明，冷却，移入 250 毫升容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

3 镍含量的测定

3.1 方法提要

在 pH 不小于 3 的微酸性溶液中，用 EDTA 标准溶液滴定镍。碱土金属及少量二价锰、二价铁不干扰镍的测定，铝可用氟化铵掩蔽，少量三价铁可预先还原成二价铁消除干扰。用 PAR 做指示剂，加入少量乙二胺四乙酸铜能使终点更明显。因为反应进行很慢，需在热溶液中进行滴定。

3.2 试剂

3.2.1 氨水 (GB 631—77)：1+1 溶液。

3.2.2 冰乙酸 (GB 676—78)。

3.2.3 盐酸羟胺 (HG 3—967—76)：10% 溶液。

3.2.4 氟化铵 (GB 1276—77)：20% 溶液，保存在塑料瓶中。

3.2.5 吡啶-(2-偶氮-4)雷锁辛 (PAR) 指示剂：0.1% 乙醇溶液。

3.2.6 乙二胺四乙酸铜溶液：0.005 M (见附录 A.8)。

3.2.7 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) (GB 1401—78) 标准溶液：0.01 M (见附录 A.2)。

3.3 测定手续