

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2516—93

硫酸生产用钒催化剂 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

1 主题内容与适用范围

本标准规定了 S 101、S 107、S 108、S 109 型以及化学组成相同的其他型号的硫酸生产用钒催化剂化学成份分析方法。

本标准适用于待测组份的含量范围：五氧化二钒为 5%~10%；硫酸钾为 15%~25%；硫酸钠为 1%~15%；五氧化二磷为 0.5%~3.5%；三氧化二锑为 0.5%~3%；三氧化二铁为 0.2%~2%；二氧化硅为 >50%。

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

本标准所采用试剂和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，继续研细至试样能全部通过 150 μm 试验筛，置于称量瓶中，于 105~110℃ 干燥 2 h，置于干燥器中冷至室温，备用。

5 试料溶液的制备

5.1 S 101、S 107、S 108 型硫酸生产用钒催化剂试料溶液 A 的制备

5.1.1 方法提要

试料用高氯酸和氢氟酸分解，硅成四氟化硅逸出，盐类用水溶解。

5.1.2 试剂和溶液

5.1.2.1 高氯酸 (GB/T 623)。

5.1.2.2 氢氟酸 (GB/T 620)。

5.1.3 操作步骤

称取约 2.5 g 试样，精确至 0.000 1 g，置于 150 mL 铂皿中，用水润湿。加 10 mL 高氯酸，约 30 mL 氢氟酸，置于砂浴上加热蒸发至冒浓高氯酸白烟，取下稍冷，加水 50~60 mL，加热使盐类溶解，滤入 250 mL 容量瓶中，用热水洗涤铂皿及滤纸 7~8 次，加水稀释至 220 mL 左右，摇匀，冷至

室温后，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液为试料溶液 A。

5.2 S 109 型硫酸生产用钒催化剂试料溶液 B 的制备

5.2.1 方法提要

试料用硫酸和氢氟酸处理，硅成四氟化硅逸出，在浓硫酸介质中，以滤纸作还原剂，使试料分解完全，盐类用水溶解。

5.2.2 试剂和溶液

5.2.2.1 硫酸 (GB/T 625) 溶液: 1+1。

5.2.2.2 氢氟酸 (GB/T 620)。

5.2.3 操作步骤

称取约 2.5 g 试样，精确至 0.000 1 g，置于 150 mL 铂皿中，用水润湿。加 50 mL 硫酸溶液 (5.2.2.1)、约 30 mL 氢氟酸，置于砂浴上加热蒸发至冒浓三氧化硫白烟，取下，冷却。用少量水将皿内物移至 250 mL 三角瓶中，再用八分之一张滤纸 ($\Phi 11$ cm) 擦拭铂皿，将滤纸投入三角瓶中，再用水将铂皿洗净。将三角瓶于电热板上蒸至冒浓白烟，盖上表皿，继续加热至溶液呈清亮褐绿色 (瓶底有少量棕黄色沉淀)，取下，冷却，用水吹洗表皿，加水约 100 mL，加热使盐类完全溶解，移入 250 mL 容量瓶中，冷却，加水稀释至刻度，摇匀，必要时干过滤，此溶液为试料溶液 B。

5.3 碱熔法测定五氧化二钒含量时试料溶液 C 的制备

5.3.1 方法原理

试料以氢氧化钠熔融，水提取，硫酸酸化。

5.3.2 试剂和溶液

5.3.2.1 氢氧化钠 (GB/T 629)。

5.3.2.2 硫酸 (GB/T 625) 溶液: 1+1。

5.3.3 操作步骤

称取约 1 g 试样，精确至 0.000 1 g，置于 50 mL 镍坩埚中，加 6~8 g 氢氧化钠，盖上坩埚盖，置于高温炉中，逐渐升温至 450~500℃，熔融 15 min。取出，冷却，将坩埚置于 250 mL 烧杯中，加约 50 mL 热水提取熔融物，用热水将坩埚洗净。滴加硫酸溶液 (5.3.2.2) 使溶液酸化，并过量 50 mL，控制总体积约 150 mL，冷至室温，此溶液为试料溶液 C。

6 五氧化二钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法 (仲裁法)

6.1 方法提要

在 $c(\text{H}_2\text{SO}_4)$ 约 3 mol/L 的硫酸介质中，用高锰酸钾将四价钒氧化成五价钒。在尿素存在下，以亚硝酸钠还原过量的高锰酸钾，以苯代邻氨基苯甲酸为指示剂，用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定。

6.2 试剂和溶液

6.2.1 硫酸 (GB/T 625) 溶液: 1+1。

6.2.2 磷酸 (GB/T 1282)。

6.2.3 高锰酸钾 (GB/T 643) 溶液: 3 g/L。

6.2.4 尿素 (GB/T 696) 溶液: 200 g/L。

6.2.5 亚硝酸钠 (GB/T 633) 溶液: 10 g/L。

6.2.6 硫酸亚铁铵 (GB/T 661) 标准滴定溶液: $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] = 0.1 \text{ mol/L}$ ，按 GB/T 601 配制与标定。

6.2.7 苯代邻氨基苯甲酸指示液: 2 g/L

称取 0.20 g 苯代邻氨基苯甲酸和 0.20 g 无水碳酸钠 (GB/T 639) 溶于水中，用水稀释至 100 mL。