

# 联醇及低温变换催化剂化学成分 分析方法

HG 1—1428—81

本标准适用于联醇催化剂C207型, 低温变换催化剂B202、B204型以及化学组成相同的其它催化剂产品化学成分的分析检验。

## 1 分析用试样的制备

将催化剂试样混合均匀, 用四分法分取约40克, 在瓷研钵中全部破碎研细, 再用四分法分取约20克, 继续研细至全部通过100目分样筛, 置于称量瓶中备用。

## 2 试样溶液的制备

### 2.1 方法提要

试样用盐酸溶解, 经过滤除去酸不溶物, 滤液稀释至一定体积, 备用。

### 2.2 需用试剂

2.2.1 盐酸(1+1)。

2.2.2 盐酸(1+100)。

### 2.3 需用仪器

实验室一般仪器。

### 2.4 操作步骤

精确称取试样0.5克, 置于250毫升烧杯中, 用水润湿, 加(1+1)盐酸10毫升, 盖上表皿, 加热使试样完全溶解。冷却后用水冲洗表皿及烧杯壁, 加水50~100毫升, 加热至60~80℃, 用中速滤纸过滤, 以热的(1+100)盐酸洗涤滤纸6~8次, 滤液及洗液移入250毫升容量瓶中, 冷却至室温后, 用水稀释至刻度, 摇匀。

## 3 氧化锌含量的测定(EDTA容量法)

### 3.1 方法提要

在pH5.7条件下, 用硫代硫酸钠隐蔽铜、氟化钠隐蔽铝, 以二甲酚橙为指示剂, 用EDTA滴定试样溶液中的锌。

### 3.2 需用试剂

3.2.1 氨水(1+1)。

3.2.2 氟化钠。

3.2.3 硫代硫酸钠(10%)。

3.2.4 二甲酚橙指示剂(0.2%)。

3.2.5 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH5.7): 称取乙酸钠( $\text{CH}_3\text{COONa}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )100克, 溶于适量水中, 加6N乙酸13毫升, 用水稀释至500毫升。

3.2.6 EDTA标准溶液(0.02M)。

### 3.3 需用仪器

实验室一般仪器。

### 3.4 操作步骤

准确吸取按本标准第2章制备的试样溶液25毫升, 置于250毫升烧杯中, 加氟化钠约1克, 用

(1+1) 氨水中和至有混浊出现, 加乙酸-乙酸钠缓冲溶液 10 毫升, 10% 硫代硫酸钠 10 毫升, 二甲酚橙指示剂 4~5 滴, 用水稀释至 80~100 毫升, 用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由橙红色变为黄色为终点。EDTA 标准溶液消耗的体积为  $V_1$ 。

### 3.5 计算

氧化锌含量  $X_1$  (%) 按下式计算:

$$X_1 = \frac{V_1 \times M \times 0.08138}{G} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $V_1$ ——EDTA 标准溶液用量, 毫升;

$M$ ——EDTA 标准溶液克分子浓度;

$G$ ——分取试样量, 克;

0.08138——1 毫升 1 M EDTA 标准溶液相当于氧化锌量, 克。

### 3.6 精确度

两次平行测定结果之差, 应不大于 0.30 %。

## 4 氧化铜含量的测定 (EDTA 容量法)

### 4.1 方法提要

在 pH 9.2 条件下, 用氟化钠隐蔽铝, 以 PAN 为指示剂, 用 EDTA 络合滴定试样溶液中的铜、锌含量, 减去锌量, 即为铜量。

### 4.2 需用试剂

4.2.1 氨水 (1+1)。

4.2.2 乙醇。

4.2.3 氟化钠。

4.2.4 氨-氯化铵缓冲溶液 (pH 9.2): 称取氯化铵 27 克, 加适量水溶解, 加氨水 32 毫升, 用水稀释至 500 毫升。

4.2.5 PAN 指示剂 [1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚]: 称取 PAN 0.2 克, 溶于 100 毫升乙醇中。

4.2.6 EDTA 标准溶液 (0.02M)。

### 4.3 需用仪器

实验室一般仪器。

### 4.4 操作步骤

准确吸取按本标准第 2 章制备的试样溶液 25 毫升, 置于 250 毫升烧杯中, 加氟化钠约 1 克, 用 (1+1) 氨水中和至溶液恰呈蓝色, 加氨-氯化铵缓冲溶液 10 毫升、PAN 指示剂 5 滴、乙醇 15 毫升, 用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由紫色变为黄绿色为终点。EDTA 标准溶液消耗体积为  $V_2$ 。

### 4.5 计算

氧化铜含量  $X_2$  (%) 按下式计算:

$$X_2 = \frac{(V_2 - V_1) \times M \times 0.07955}{G} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:  $V_2$ ——滴定铜锌含量的 EDTA 标准溶液用量, 毫升;

$V_1$ ——滴定锌的 EDTA 标准溶液用量, 毫升;

$M$ ——EDTA 标准溶液克分子浓度;

$G$ ——分取试样量, 克;

0.07955——1 毫升 1 M EDTA 标准溶液相当于氧化铜的量, 克。

### 4.6 精确度

两次平行测定结果之差, 应不大于 0.30 %。

## 5 三氧化二铝含量的测定 (EDTA 容量法)

### 5.1 方法提要

在 pH 5.7 条件下, 加 EDTA 络合试样溶液中的铝和其它金属离子, 过量的 EDTA 用锌液回滴, 加氟化钠置换出与铝络合的 EDTA, 释出的 EDTA 用锌标准溶液滴定。

### 5.2 需用试剂

5.2.1 氨水 (1 + 1)。

5.2.2 氟化钠。

5.2.3 二甲酚橙指示剂 (0.2%)。

5.2.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液 (pH 5.7): 称取乙酸钠 ( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) 100 克, 溶于适量水中, 加 6 N 乙酸 13 毫升, 用水稀释至 500 毫升。

5.2.5 EDTA 标准溶液 (0.02M)。

5.2.6 锌标准溶液 (0.02M)。

### 5.3 需用仪器

实验室一般仪器。

### 5.4 操作步骤

准确吸取按本标准第 2 章制备的试样溶液 25 毫升, 置于 250 毫升锥形瓶中, 加 EDTA 标准溶液 35 毫升、二甲酚橙指示剂 10 滴, 用 (1 + 1) 氨水中和至溶液恰变为蓝紫色, 再加乙酸-乙酸钠缓冲溶液 10 毫升, 加热煮沸 3 分钟, 冷却后用锌标准溶液滴定至溶液由黄绿色变为浅棕色为终点。加氟化钠约 1 克, 加热煮沸 3 分钟, 冷却后用锌标准溶液滴定, 滴定终点与第一次滴定终点相同, 记取第二次滴定所用锌标准溶液的体积。

### 5.5 计算

三氧化二铝含量  $X_3$  (%) 按下式计算:

$$X_3 = \frac{V \times M \times 0.05098}{G} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:  $V$ ——第二次滴定时锌标准溶液用量, 毫升;

$M$ ——锌标准溶液克分子浓度;

$G$ ——分取试样量, 克;

0.05098——1 毫升 1 M 锌标准溶液相当于三氧化二铝的量, 克。

### 5.6 精确度

两次平行测定结果之差, 应不大于 0.20 %。

## 6 三氧化二铁含量的测定 (原子吸收法——I 法)

### 6.1 方法提要

用原子吸收法, 使用空气-乙炔火焰, 2483 埃分析线, 测定试样溶液中的铁, 用标准曲线法定量。共存元素对测定无干扰。

### 6.2 需用试剂

6.2.1 盐酸 (1 + 1)。

6.2.2 三氧化二铁标准溶液 (1 毫升含 100 微克三氧化二铁): 称取 0.1000 克于 900 °C 灼烧至恒重的三氧化二铁 ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), 置于 250 毫升烧杯中, 加 (1 + 1) 盐酸 20 毫升, 加热使之完全溶解, 移入 1000 毫升容量瓶中, 冷却至室温, 用水稀释至刻度, 摇匀。

### 6.3 需用仪器

6.3.1 实验室一般仪器。