

## 氨合成催化剂化学成分分析方法

本标准适用于氨合成催化剂 A 106、A 109、A 110 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 100 克，在钢臼内破碎研细。再用四分法分取约 50 克，用玛瑙研钵研细，使试样全部通过 100 目分样筛，放入称量瓶中，置于干燥器内保存，供分析使用。

粉碎试样所用钢臼内部应干燥、清洁、无锈斑，粉碎试样前应用少量试样在钢臼内研磨二次，以清洗钢臼。

粉碎试样的过程应尽量短，以减少试样暴露在空气中的时间。

### 2 试样溶液 (A) 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。

##### 2.2.2 盐酸 (2 + 98)。

#### 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，加盐酸 10 毫升，盖上表皿，加热（切勿沸腾）。待试样完全溶解后，用水冲洗表皿及烧杯壁，加水 50~100 毫升，用中速滤纸过滤，用 (2 + 98) 盐酸洗涤滤纸 8 次，用水洗涤滤纸至中性。将滤液及洗液移入 250 毫升容量瓶中，冷却至室温，用水稀释至刻度，摇匀。

### 3 试样溶液 (B) 的制备

#### 3.1 方法提要

试样用盐酸及高氯酸溶解，经高氯酸冒烟脱水，使试样中的硅生成难溶性胶体硅酸，经过滤分离，沉淀物留作二氧化硅分析用，滤液稀释至一定体积供其它项目分析用。

#### 3.2 需用试剂

##### 3.2.1 盐酸。

##### 3.2.2 盐酸 (2 + 98)。

##### 3.2.3 高氯酸。

#### 3.3 需用仪器

实验室一般仪器。

#### 3.4 操作步骤

精确称取试样 2.5 克，置于 250 毫升烧杯中，用水润湿。加盐酸 20 毫升、高氯酸 20 毫升，盖上表皿，加热（切勿沸腾），使试样完全溶解。用少量水冲洗表皿及烧杯壁，架起表皿，在砂浴上加热

蒸发至冒高氯酸白烟，继续蒸发至烧杯内溶液体积小于 10 毫升时（不得蒸干）取下冷却。加热水约 100 毫升，加热使可溶性盐全部溶解并煮沸。取下用中速定量滤纸过滤，用热的（2+98）盐酸洗涤沉淀至无铁离子，再用温水洗涤至无氯离子。

将滤液及洗液移入 250 毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

滤纸上的沉淀供二氧化硅分析用。

#### 4 总铁含量的测定（EDTA 容量法）

##### 4.1 方法提要

在 pH1.3~2、50~70℃条件下，以磺基水杨酸为指示剂，用 EDTA 络合滴定试样溶液中的三价铁，二价铁预先用过硫酸铵氧化为三价铁后同时被滴定。

##### 4.2 需用试剂

4.2.1 氯乙酸（2M）：称取氯乙酸 94.5 克，用水溶解，稀释至 500 毫升。

4.2.2 过硫酸铵（20%）。

4.2.3 磺基水杨酸（20%）。

4.2.4 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（A）10 毫升，置于 250 毫升烧杯中，加入 80~90℃热水 100 毫升、2M 氯乙酸 10 毫升、20% 磺基水杨酸 0.5 毫升、20% 过硫酸铵 5 滴，在保持溶液 50~70℃条件下，用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由紫色变为亮黄色为终点。

##### 4.5 计算

总铁含量  $X_1$ （%）按下式计算：

$$X_1 = \frac{V \times M \times 0.05585}{G} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：V——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；

0.05585——1 毫升 1M EDTA 标准溶液相当于铁的量，克。

##### 4.6 精确度

两次平行测定结果之差，应不大于 0.40%。

#### 5 二价铁与三价铁比值的测定（EDTA 容量法）

##### 5.1 方法提要

在 pH1.3~2、50~70℃条件下，以磺基水杨酸为指示剂，用 EDTA 络合滴定试样溶液中的三价铁。二价铁需用过硫酸铵氧化为三价铁后，在同样条件下用 EDTA 络合滴定。二价铁与三价铁分别消耗 EDTA 溶液的体积比，即为试样中二价铁与三价铁的比值。

##### 5.2 需用试剂

5.2.1 盐酸。

5.2.2 氯乙酸（2M）：称取氯乙酸 94.5 克，用水溶解，稀释至 500 毫升。

5.2.3 磺基水杨酸。

5.2.4 过硫酸铵。

5.2.5 EDTA 溶液（约 0.05M）：称取 18.7 克 EDTA，用 1000 毫升水加热溶解，冷却，摇匀。

##### 5.3 需用仪器

实验室一般仪器。

#### 5.4 操作步骤

取刚研细的试样约 0.5 克, 置于 250 毫升锥形瓶中, 加少量水润湿。加盐酸 10 毫升, 在锥形瓶上加一短颈漏斗, 然后加热 (切勿沸腾), 使试样完全溶解。用水冲洗漏斗及瓶壁, 迅速冷至室温, 加水至约 200 毫升, 混合摇匀。

取上述溶液约 10 毫升, 置于 250 毫升烧杯中, 加 80~90℃热水约 150 毫升、2 M 氯乙酸 10 毫升、20% 磺基水杨酸 0.5 毫升。用 EDTA 溶液滴定至溶液由紫色变为亮黄色为终点。记取第一次滴定时 EDTA 溶液消耗体积。接着在溶液中加入 20% 过硫酸铵 5 滴, 搅拌均匀, 再次用 EDTA 溶液滴定, 滴定终点与第一次滴定终点相同, 记取第二次滴定时 EDTA 溶液消耗体积。

在全部滴定过程中, 被滴定溶液的温度应控制在 50~70℃之间。

#### 5.5 计算

二价铁与三价铁比值  $X_2$  按下式计算:

$$X_2 = \frac{V_2}{V_1} \dots\dots\dots (2)$$

式中:  $V_1$ ——第一次滴定时 EDTA 溶液用量, 毫升;

$V_2$ ——第二次滴定时 EDTA 溶液用量, 毫升。

#### 5.6 精确度

两次平行测定结果之差, 应不大于 0.03。

### 6 氧化钾含量的测定 (火焰光度法——1 法)

#### 6.1 方法提要

用硝酸将试样溶液中的二价铁氧化为三价铁, 在微酸性条件下, 以尿素水解沉淀分离除去铁、铝等共存元素的干扰, 用火焰光度法测定钾, 以标准曲线法定量。标准系列与试样溶液中尿素加入量应控制一致, 以消除尿素对测定的影响。

#### 6.2 需用试剂

6.2.1 氨水 (1+1)。

6.2.2 硝酸 (1+1)。

6.2.3 尿素。

6.2.4 氧化钾标准溶液 (1 毫升含 1 毫克氧化钾): 称取 1.5829 克于 500~600℃灼烧至恒重的氯化钾 (KCl) 溶于水, 移入 1000 毫升容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。

6.2.5 氧化钾标准溶液 (1 毫升含 100 微克氧化钾): 准确吸取 1 毫升含 1 毫克氧化钾标准溶液 10 毫升, 置于 100 毫升容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 贮于塑料瓶中。

#### 6.3 需用仪器

6.3.1 实验室一般仪器。

6.3.2 火焰光度计: 附有钾干涉滤光片。

#### 6.4 操作步骤

6.4.1 标准曲线绘制: 准确吸取 1 毫升含 100 微克氧化钾标准溶液 0、2.5、5、7.5、10、12.5、15 毫升, 分别置于 100 毫升容量瓶中, 各加尿素 3 克, 用水稀释至刻度, 摇匀。按仪器工作条件, 用火焰光度计测定标准系列钾谱线发射强度, 绘制标准曲线。

6.4.2 试样分析: 准确吸取按本标准第 2 章制备的试样溶液 (A) 50 毫升, 置于 250 毫升烧杯中, 加水 30~40 毫升, (1+1) 硝酸 4 毫升, 加热至沸。取下, 在不断搅拌下滴加 (1+1) 氨水至沉淀刚出现, 加尿素 3 克, 盖上表皿, 加热煮沸 20~25 分钟 (煮沸过程中应补加水, 以保持溶液体积在 70~80 毫升), 使沉淀凝聚。取下冷至室温, 移入 100 毫升容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 干过滤。将滤液与标准系列在相同条件下测定钾谱线发射强度, 从标准曲线上查出被测溶液中氧化钾浓度。

#### 6.5 计算