

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2693—95

一氧化碳高温变换催化剂

化学成份的测定

1995-04-11 发布

1996-01-01 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 B 107、B 107—1、B 108、B 109、B 110—2、B 111、B 112、B 113、B 114、B 115、B 116、B 117、B 118、B 119 型等一氧化碳高温变换催化剂（以下简称高变催化剂）的主要化学成份的分析方法。

本标准适用于高变催化剂中铁、铬、氧化钾、总钼、本体硫和烧失量等化学成份的测定。

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

ZB/T G75001 化肥催化剂微量硫分析方法

ZB/T G75003 化肥催化剂烧失重分析方法

3 试剂和材料

除有特殊说明外本标准所用试剂的纯度，均为分析纯；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，在瓷研钵中全部砸碎研细至最大粒径小于 1 mm，再用四分法取约 20 g，继续研细至试样能全部通过 150 μm 试验筛（GB 6003），放入称量瓶中，盖好盖子。将称量瓶放入干燥器中备用。

5 试验溶液 A 的制备

5.1 方法提要

试料用盐酸溶解，过滤除去酸不溶物，稀释至一定体积。

5.2 试剂和材料

5.2.1 盐酸（GB/T 622）溶液：1+1；

5.2.2 盐酸（GB/T 622）溶液：2+100；

5.2.3 硫酸（GB/T 625）溶液：1+1。

5.3 操作步骤

称取 1 g 试样（精确至 0.000 1 g），置于 250 mL 烧杯中，用水润湿，在通风橱内加入 15 mL 盐酸溶液（5.2.1），盖上表皿，加热使试料溶解（不要煮沸）。溶解后用水洗涤表皿和烧杯内壁，稀释

至约 80 mL，搅匀，加热至 60~70℃，趁热用慢速滤纸过滤于 250 mL 容量瓶中，以温热盐酸溶液 (5.2.2) 洗涤烧杯及滤纸 8 次，待容量瓶中溶液冷却至室温后，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液为试验溶液 A。

若试料用盐酸溶解不完全时，可改用 20 mL 硫酸溶液 (5.2.3) 加热使其溶解，操作步骤同上。

6 铁含量的测定 络合滴定法

6.1 方法提要

在 pH1.3~2.0，温度 60~70℃ 条件下，以磺基水杨酸为指示剂，用乙二胺四乙酸二钠 (以下简称 EDTA) 标准滴定溶液滴定试验溶液中的三价铁，二价铁预先用过硫酸铵氧化为三价铁后一起被滴定。

6.2 试剂和材料

6.2.1 过硫酸铵 (GB/T 655)；

6.2.2 氨水 (GB/T 631) 溶液：1+1；

6.2.3 盐酸 (GB/T 622) 溶液：1+1；

6.2.4 氯乙酸溶液：189 g/L；

6.2.5 EDTA (GB/T 1401) 标准滴定溶液： $c(\text{EDTA})=0.02 \text{ mol/L}$ ；按 GB/T 601 制备。

6.2.6 5-磺基水杨酸 (GB/T 10705) 溶液：200 g/L。

6.3 分析步骤

吸取 $10 \pm 0.02 \text{ mL}$ 试验溶液 A，置于 250 mL 烧杯中，加入 15 mL 水，边搅边滴加氨水溶液 (6.2.2) 至溶液中出现少量沉淀保持 1 min 为止，滴加 1~2 滴盐酸溶液 (6.2.3) 使沉淀溶解，加入 10 mL 氯乙酸溶液 (6.2.4) 和 150 mL 水。将溶液加热到 70~75℃，加约 0.05 g 过硫酸铵 (6.2.1)，10 滴 5-磺基水杨酸溶液 (6.2.6)，趁热用 EDTA 标准滴定溶液 (6.2.5) 滴定至溶液由紫红色变为黄中微带绿色为终点 (近终点时温度应不低于 60℃)。

6.4 分析结果的表述

以三氧化二铁质量百分数表示的铁含量 (X_1) 按式 (1) 计算：

$$X_1 = \frac{V_1 \cdot c_1 \times 0.07985}{m_0 \times \frac{10}{250}} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中： V_1 ——EDTA 标准滴定溶液的体积，mL；

c_1 ——EDTA 标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m_0 ——试料 (5.3) 的质量，g；

0.07985——与 1.00 mL EDTA 标准滴定溶液 ($c(\text{EDTA})=1.000 \text{ mol/L}$) 相当的以克表示的三氧化二铁的质量。

6.5 允许差

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.4%。

7 铬含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法

7.1 方法提要

试料用硫磷混酸溶解，在硝酸银存在下以过硫酸铵将三价铬氧化为六价铬，以苯基邻氨基苯甲酸为指示剂，用硫酸亚铁铵滴定。

7.2 试剂和材料

7.2.1 过硫酸铵 (GB/T 655)；