



中华人民共和国国家标准

GB/T 37354—2019

活性炭脱汞催化剂化学成分分析方法

Analytical method of chemical composition for activated carbon
mercury removal catalyst

2019-03-25 发布

2020-02-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC 63)归口。

本标准起草单位：中石化南京化工研究院有限公司、北京三聚环保新材料股份有限公司、武汉科林精细化工有限公司、西安向阳航天材料股份有限公司、山东迅达化工集团有限公司。

本标准主要起草人：李忠于、李敏、赵文涛、王国兴、王国妮、胡文宾、孙国双、王泽、侯亚楠、张先茂。

活性炭脱汞催化剂化学成分分析方法

警示——本标准中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,部分操作具有危险性。本标准并未揭示所有可能的安全问题,使用者操作时应小心谨慎并有责任采取适当的安全和健康措施。

1 范围

本标准规定了活性炭脱汞催化剂化学成分分析方法。

本标准适用于活性炭脱汞催化剂中硫(S)、钙(Ca)、镁(Mg)、铁(Fe)、铝(Al)质量分数的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6003.1 试验筛 技术要求和检验 第1部分:金属丝编织网试验筛

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所用的杂质测定用标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备。

4 采样

4.1 实验室样品

按 GB/T 6679 的规定取得。

4.2 试样

将实验室样品混合均匀,用四分法分取约 40 g,在瓷研钵中破碎研细。再用四分法分取约 20 g,继续研细至试样全部通过 150 μm 试验筛(按照 GB/T 6003.1 中 R40/3 系列),置于坩埚中,于 105 $^{\circ}\text{C}$ ~ 110 $^{\circ}\text{C}$ 干燥 2 h,取出放入干燥器内冷却至室温,备用。

4.3 试料溶液的制备

4.3.1 试剂

4.3.1.1 盐酸。

4.3.1.2 硝酸。

4.3.1.3 高氯酸。

4.3.2 操作步骤

称取约 0.2 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于 200 mL 烧杯中,用水润湿,在通风橱内,加 10 mL 盐酸、10 mL 硝酸、8 mL 高氯酸,盖上表面皿,缓慢加热(保持微沸)溶解试料至白烟消失,待试料成完全透明,取下冷却,用水稀释至约 60 mL,用中速滤纸过滤,用水冲洗表面皿和烧杯内壁 6 次~8 次,滤液及洗液并入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5 硫(S)质量分数的测定

5.1 原理

将样品与混合熔剂混匀灼烧,使全部硫转化为可溶性硫酸盐,加氯化钡溶液使硫酸根生成硫酸钡沉淀,根据硫酸钡的质量计算样品中硫的含量。

5.2 试剂

- 5.2.1 混合熔剂:取 2 份质量的轻质氧化镁与 1 份质量的无水碳酸钠,混匀研细,保存在密闭容器内。
- 5.2.2 盐酸溶液:1+1。
- 5.2.3 氯化钡溶液:100 g/L。
- 5.2.4 硝酸银溶液:10 g/L。1 g 硝酸银溶于 100 mL 水中,加 2 滴~3 滴硝酸,贮存于棕色瓶中。
- 5.2.5 甲基橙指示液:2 g/L。

5.3 试验步骤

5.3.1 称取约 0.2 g 试样(见 4.2),精确至 0.000 1 g,置于 50 mL 瓷坩埚中,加 2 g 混合熔剂,混匀,上面再铺 1 g 混合熔剂。将坩埚放入马弗炉中,在 1 h~2 h 内从室温逐渐加热到 800 °C~850 °C,并在该温度下保持 1 h。取出,冷却至室温。用玻棒将坩埚中的灼烧物仔细搅松,然后把灼烧物转移到 400 mL 烧杯中,用热水冲洗坩埚内壁,将洗液并入烧杯,再加入 100 mL~150 mL 刚煮沸的蒸馏水,充分搅拌。

5.3.2 用中速定性滤纸以倾泻法过滤,用热水冲洗 3 次,然后将残渣转移到滤纸中,用热水仔细清洗至少 10 次,洗液总体积约为 250 mL~300 mL。向滤液中滴入 2 滴~3 滴甲基橙指示液,加入盐酸溶液使滤液由黄色变为红色,并过量 2 mL。将溶液加热到沸腾,在不断搅拌下缓慢加入氯化钡溶液 15 mL,并在微沸状况下保持约 2 h,溶液最终体积约为 200 mL。溶液冷却或静置过夜后用慢速定量滤纸过滤,并用热水洗至无氯离子为止(硝酸银溶液检验无浑浊)。将带有沉淀的滤纸转移到已知质量的瓷坩埚中,低温灰化滤纸后,在温度为 850 °C~900 °C 的马弗炉内灼烧 40 min,取出瓷坩埚,放入干燥器中冷却到室温后称量。

5.3.3 每配制一批混合熔剂或更换其他任何一种试剂时,应进行 2 个或 2 个以上空白试验,取算术平均值作为空白值。

5.4 试验数据处理

硫(S)质量分数 w_1 ,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.137 4}{m_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- m_1 ——硫酸钡沉淀的质量的数值,单位为克(g);
- m_2 ——空白试验时所得硫酸钡沉淀的质量的数值,单位为克(g);

m_3 ——试样的质量的数值,单位为克(g);

0.137 4——由硫酸钡换算为硫的系数。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值应不大于 0.30%。

6 钙(Ca)质量分数的测定——原子吸收分光光度法

6.1 原理

在酸性条件下,用原子吸收分光光度计,使用空气-乙炔火焰,在波长 422.7 nm 处,测定试料溶液中钙的吸光度,用工作曲线法或线性回归方程定量。加入氯化锶消除共存元素的干扰。

6.2 试剂

6.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.2.2 氯化锶溶液:150 g/L。

6.2.3 钙标准溶液:0.1 mg/mL。

6.3 仪器设备

原子吸收分光光度计:附有钙空心阴极灯。

6.4 试验步骤

6.4.1 工作曲线的绘制

6.4.1.1 取五只 100 mL 容量瓶,分别加入钙标准溶液 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL。在每只容量瓶中,各加入 2 mL 氯化锶溶液、2 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

6.4.1.2 按仪器工作条件,用空气-乙炔火焰,以不加钙标准溶液的空白溶液调零,于波长 422.7 nm 处测定溶液的吸光度。

6.4.1.3 以上述溶液中钙的质量浓度(单位为微克每毫升)为横坐标,对应的吸光度值为纵坐标,绘制工作曲线或计算出线性回归方程。

6.4.2 测定

量取 10.00 mL 试料溶液,置于 50 mL 容量瓶中,加入 1 mL 氯化锶溶液,用水稀释至刻度,摇匀。按 6.4.1.2 的规定测定溶液的吸光度,从工作曲线上查出或通过线性回归方程计算出被测溶液中钙的质量浓度。

6.5 试验数据处理

钙(Ca)质量分数 w_2 ,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{\rho_1 V_1 \times 10^{-6}}{m_4} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ_1 ——从工作曲线上查出或通过线性回归方程计算出被测溶液中钙的质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V_1 ——试料溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m_4 ——分取试料的质量的数值,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的相对偏差为不大于 5%。

7 镁(Mg)质量分数的测定——原子吸收分光光度法

7.1 原理

在酸性条件下,用原子吸收分光光度计,使用空气-乙炔火焰,在波长 285.2 nm 处,测定试料溶液中镁的吸光度,用工作曲线法或线性回归方程定量。加入氯化锶消除共存元素的干扰。

7.2 试剂

7.2.1 盐酸溶液:1+1。

7.2.2 氯化锶溶液:150 g/L。

7.2.3 镁标准溶液:0.1 mg/mL。

7.2.4 镁标准溶液:10 μg/mL。量取 5.00 mL 镁标准溶液(见 7.2.3)置于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.3 仪器设备

原子吸收分光光度计:附有镁空心阴极灯。

7.4 试验步骤

7.4.1 工作曲线的绘制

7.4.1.1 取 5 只 100 mL 容量瓶,分别加入镁标准溶液(见 7.2.4)0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL。在每只容量瓶中,各加入 2 mL 氯化锶溶液、2 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

7.4.1.2 按仪器工作条件,用空气-乙炔火焰,以不加入镁标准溶液的空白溶液调零,于波长 285.2 nm 处测定溶液的吸光度。

7.4.1.3 以上述溶液中镁的质量浓度(单位为微克每毫升)为横坐标,对应的吸光度值为纵坐标,绘制工作曲线或计算出线性回归方程。

7.4.2 测定

量取 10.00 mL 试料溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 氯化锶溶液,用水稀释至刻度,摇匀。按 7.4.1.2 的规定测定溶液的吸光度,从工作曲线上查出或通过线性回归方程计算出被测溶液中镁的质量浓度。

7.5 试验数据处理

镁(Mg)质量分数 w_3 ,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{\rho_2 V_2 \times 10^{-6}}{m_5} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

ρ_2 ——从工作曲线上查得或通过线性回归方程计算出的被测溶液中镁的质量浓度的数值,单位为微克每毫升(μg/mL);

V_2 ——试料溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m_5 ——分取试料的质量的数值,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的相对偏差为不大于 5%。

8 铁(Fe)质量分数的测定——原子吸收分光光度法

8.1 原理

在酸性条件下,用原子吸收分光光度计,使用空气-乙炔火焰,在波长 248.3 nm 处,测定试料溶液中铁的吸光度,用工作曲线法或线性回归方程定量。

8.2 试剂

8.2.1 盐酸溶液:1+1。

8.2.2 铁标准溶液:0.1 mg/mL。

8.3 仪器

原子吸收分光光度计:附有铁空心阴极灯。

8.4 试验步骤

8.4.1 工作曲线的绘制

8.4.1.1 取 5 只 100 mL 容量瓶,分别加入铁标准溶液 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL。在每只容量瓶中,各加入 2 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

8.4.1.2 按仪器工作条件,用空气-乙炔火焰,以不加入铁标准溶液的空白溶液调零,于波长 248.3 nm 处测定溶液的吸光度。

8.4.1.3 以上述溶液中铁的质量浓度(单位为微克每毫升)为横坐标,对应的吸光度值为纵坐标,绘制工作曲线或计算出线性回归方程。

8.4.2 测定

量取 10.00 mL 试料溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。按 8.4.1.2 的规定测定溶液的吸光度,从工作曲线上查出或通过线性回归方程计算出被测溶液中铁的质量浓度。

8.5 试验数据处理

铁(Fe)质量分数 w_4 ,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{\rho_3 V_3 \times 10^{-6}}{m_6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

ρ_3 ——从工作曲线上查得或通过线性回归方程计算出的被测溶液中铁的质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V_3 ——试料溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m_6 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的相对偏差为不大于 5%。

9 钙(Ca)、镁(Mg)、铁(Fe)、铝(Al)质量分数的测定——电感耦合等离子体发射光谱法

9.1 原理

在酸性条件下,使用高纯氩气火焰,将溶液雾化引入电感耦合等离子体,测定试料溶液中钙、镁、铁、

铝元素的分析线信号强度,用工作曲线法定量。

9.2 试剂

- 9.2.1 盐酸溶液:1+1。
- 9.2.2 钙标准溶液:0.1 mg/mL。
- 9.2.3 镁标准溶液:0.1 mg/mL。
- 9.2.4 铁标准溶液:0.1 mg/mL。
- 9.2.5 铝标准溶液:0.1 mg/mL。

9.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

9.4 试验步骤

9.4.1 工作曲线的绘制

9.4.1.1 取 5 只 100 mL 容量瓶,分别移取相应的标准溶液,按表 1 配制标准溶液系列,在每只容量瓶中,各加 2 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

表 1 标准溶液系列 单位为微克每毫升

序号	元素	标准溶液 1	标准溶液 2	标准溶液 3	标准溶液 4	标准溶液 5
1	Ca	0	2	4	6	8
2	Mg	0	1	2	3	4
3	Fe	0	2	4	6	8
4	Al	0	2	4	6	8

9.4.1.2 按仪器工作条件,用高纯氩气等离子体火炬,以不加入标准溶液的空白溶液调零,按表 2 推荐的波长,测定溶液中待测元素的分析线信号强度。

表 2 推荐波长

元素	Ca	Mg	Fe	Al
波长/nm	393.37	279.55	259.94	396.15

9.4.1.3 以上述溶液中待测元素的质量浓度(单位为微克每毫升)为横坐标,分析线信号强度值为纵坐标,绘制工作曲线。

9.4.2 测定

按 9.4.1.2 测定试料溶液中待测元素的分析线信号强度,从工作曲线上查出被测溶液中待测元素的质量浓度。

9.5 试验数据处理

待测元素质量分数 w_x ,按式(5)计算:

$$w_x = \frac{\rho_x V_4 \times 10^{-6}}{m_7} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中：

x ——待测元素(钙、镁、铁、铝)；

ρ_x ——从工作曲线上查出试料溶液中被测元素的质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)；

V_4 ——试料溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)；

m_7 ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的相对偏差不大于5%。
