

加氢精制催化剂中钴含量测定法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了加氢精制催化剂中钴含量的测定方法。

本标准适用于加氢精制催化剂。

2 方法概要

用硫酸溶解试样，溶液中的二价钴在 pH 为 6 的条件下，与亚硝基红盐生成红色络合物 $\text{Co}[\text{C}_{10}\text{H}_4\text{O}(\text{SO}_3\text{Na})_2\text{NO}]_3$ ，用比色法进行测定。

3 仪器与材料

3.1 仪器

3.1.1 分光光度计：能在 490nm 波长区中作吸光度测量。

3.1.2 酸度计。

3.1.3 容量瓶：100，250，1000mL。

3.1.4 移液管：5，10mL。

3.1.5 滴定管：5mL。

3.1.6 量筒：10，20mL。

3.1.7 烧杯：100，250mL。

3.1.8 表面皿。

3.1.9 漏斗，直径 75mm。

3.2 材料

pH 试纸：pH1~4。

4 试剂

4.1 乙酸钠：分析纯，配成 300g/L 溶液。

4.2 亚硝基红盐：配成 2g/L 溶液。

4.3 硝酸：分析纯，配成 1:1 和 1:3(体积比)溶液。

4.4 氢氧化钠：化学纯，配成 10g/L 溶液。

4.5 硫酸：分析纯，配成 1:1(体积比)溶液。

4.6 海绵钴：光谱纯。

5 准备工作

5.1 钴标准溶液的配制

准确称取光谱纯海绵钴 1.000g 于 250mL 烧杯中，加入硝酸溶液(1:1)10mL，盖上表面皿，置于电

热板上加热至完全溶解。冷却后转移到 1L 容量瓶中，稀释至刻度，并摇匀。用移液管准确量取该溶液 10mL 于 100mL 容量瓶中，稀释至刻度，并摇匀。此溶液每毫升含钴 0.1mg。本标准溶液可保存半年，如出现浑浊或沉淀，应重新配制。

5.2 工作曲线的绘制

用 5mL 滴定管准确量取钴标准溶液 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50mL，分别放入 100mL 烧杯中，加入 300g/L 乙酸钠 20mL，2g/L 亚硝基红盐 10mL，再用水稀释至 80mL 左右，在酸度计上用硝酸溶液 (1:3) 和 10g/L 氢氧化钠溶液调节 pH 为 6 (若用 pH 试纸调节时，则 pH 为 5.0~5.5)。然后转移到 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，并摇匀。放置 20min 后，用同样试剂作空白试验。用 1cm 比色皿在分光光度计的 490nm 波长处测定其吸光度。以吸光度为纵坐标，钴毫克数为横坐标，绘制工作曲线。

6 试验步骤

6.1 将有代表性的试样磨细至 150 目左右，放入 150~155℃ 的烘箱中烘 1h，称取 0.1~0.15g (精确至 0.0002g) 于 250mL 烧杯中，先用少量水冲洗杯壁，再加入硫酸溶液 (1:1) 10mL，放入玻璃棒，盖上表面皿，置于电炉上加热，不时搅拌。加热至刚冒白烟时，取下烧杯。冷却后用热水冲洗表面皿和杯壁，至烧杯中溶液体积约为 50mL，将溶液过滤到 250mL 容量瓶中，用热水冲洗滤纸，直至用 pH 试纸试验滤纸不呈酸性为止。待溶液冷却后，用水稀释至刻度，并摇匀。

6.2 用移液管准确量取 6.1 条溶液 5mL 于 100mL 烧杯中，按 5.2 条进行操作。测定溶液的吸光度，从工作曲线上查出溶液中钴的毫克数。

注：试样溶液的取样量，可按试样中钴的含量范围作适当的增减。

7 计算

试样中钴含量 X [% (m/m)] 按下式计算：

$$X = \frac{S \cdot D}{m \times 1000} \times 100$$

式中：S——从工作曲线上查出的钴毫克数；

D——试样的稀释倍数；

m——试样的质量，g。

8 精密度

重复性：同一操作者重复测定的两个结果之差不应大于其算术平均值的 10%。

9 报告

取重复测定两个结果的算术平均值作为测定结果。

附加说明：

本标准由石油化工科学研究院技术归口。

本标准由抚顺石油化工公司石油三厂，石油化工科学研究院负责起草。