

催化剂中氯含量测定法  
(离子选择电极法)

SH/T 0343—92

(2004年确认)

代替 SY 2774—78S

1 主题内容与适用范围

本标准规定了催化剂中氯含量的测定方法。

本标准适用于新鲜的重整和催化裂化催化剂。

2 方法概要

试样中的氯经氢氧化钠溶液抽提后,用氯离子选择电极测定试样溶液中的氯离子,采用标准加入法定量测定。

3 仪器与材料

3.1 仪器

3.1.1 离子计。

3.1.2 氯离子选择电极。

3.1.3 参比电极: 217型双盐桥饱和甘汞电极(或其他同类型甘汞电极)。

3.1.4 容量瓶: 50, 1000mL。

3.1.5 烧杯: 100mL。

3.1.6 称量瓶。

3.1.7 微量注射器: 0.1, 0.5mL。

3.1.8 高温炉。

3.2 材料

pH试纸: pH1~14。

4 试剂

4.1 氯化钾: 分析纯, 配成饱和溶液。

4.2 硝酸钾: 分析纯, 配成浓度为10g/L溶液。

4.3 硝酸: 分析纯, 配成1:3(按体积比)溶液。

4.4 氢氧化钠: 分析纯, 配成浓度为20g/L溶液。

4.5 氯化钠: 光谱纯。

4.6 水: 去离子水, 电导率不大于 $5\mu\text{S}/\text{cm}$ 。

5 准备工作

5.1  $c(\text{NaCl}) = 0.1\text{mol}/\text{L}$ (0.1N)氯化钠基准溶液的配制

准确称取经500~600℃灼烧至恒重的氯化钠5.8443g, 溶于水, 移入1L容量瓶中, 稀释至刻度,

摇匀。可保存三个月，其间如有浑浊或沉淀，应重新配制。

5.2  $c(\text{NaCl}) = 0.001\text{mol/L}$  (0.001N) 氯化钠基准溶液的配制准确量取  $10\text{mL } c(\text{NaCl}) = 0.1\text{mol/L}$  (0.1N) 氯化钠基准溶液到 1L 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.3 将离子计接通电源，仪器稳定时间按说明书要求。

5.4 将参比电极的内套管充满饱和氯化钾溶液，外套管充满硝酸钾溶液，防止出现气泡。

5.5 将指示电极浸入  $0.001\text{mol/L}$  氯化钠基准溶液中活化 1h。如果电极长期未使用，则须活化 2h。

## 6 试验步骤

### 6.1 试样的处理

称取研磨至 150 目左右的试样  $0.1 \sim 0.2\text{g}$  (精确至  $0.0002\text{g}$ ) 于  $100\text{mL}$  烧杯中，加入  $10\text{mL}$  氢氧化钠溶液 (4.4 条)， $20\text{mL}$  水，煮沸 20min。冷却后，用硝酸溶液调节 pH 值为  $6 \sim 8$ 。将溶液移入  $50\text{mL}$  容量瓶中，用水稀释至刻度。摇匀后，将全部溶液倒入  $100\text{mL}$  烧杯中，待测定。

### 6.2 试样的测定

将氯离子选择电极与 217 型双盐桥饱和甘汞电极和离子计相连接。用水洗涤电极直至在水中的空白电位达到仪器使用说明书要求。用滤纸吸干电极表面的水滴。将电极插入待测试液中，搅拌 3min 后，再静置 2min，读取电位读数  $E_1$ 。再在此溶液中加入微量注射器准确加入一定量的氯化钠基准溶液 [试样中氯含量超过  $1\%$  ( $m/m$ ) 时需加入  $0.5\text{mL } 0.1\text{mol/L}$  氯化钠基准溶液；氯含量小于  $1\%$  ( $m/m$ ) 时需加入  $0.1\text{mL } 0.1\text{mol/L}$  氯化钠基准溶液]，搅拌 3min，再静置 2min 后，读取电位读数  $E_2$ 。取下试液，洗净电极。

### 6.3 空白试验

在  $50\text{mL}$  容量瓶中加入  $10\text{mL}$  氢氧化钠溶液 (4.4 条)，并准确加入  $0.1\text{mL}$  氯化钠基准溶液 (5.1 条)，再用硝酸溶液调至 pH 值为  $6 \sim 8$ ，用水稀释至刻度，摇匀。将空白溶液全部倒入  $100\text{mL}$  烧杯中，插入电极，搅拌 3min，静置 2min，读取电位读数  $E_1$ 。再往此溶液中加入  $0.1\text{mL}$  氯化钠基准溶液 (5.1 条)，搅拌 3min，再静置 2min，读取电位读数  $E_2$ 。

### 6.4 灼烧基的测定

6.4.1 在称取试样的同时，称取  $0.5 \sim 1\text{g}$  (精确至  $0.0002\text{g}$ ) 试样于已恒重的带盖瓷坩锅中，放在高温炉内，升温至  $850^\circ\text{C}$ ，恒温 1h 后取出，置于干燥器内冷却至室温 (约放置 0.5h)，称重。

6.4.2 灼烧基  $B$  [% ( $m/m$ )] 按式 (1) 计算：

$$B = \frac{m_2 - m_0}{m_1} \times 100 \quad (1)$$

式中： $m_0$ ——恒重后坩锅的质量，g；

$m_1$ ——灼烧前试样的质量，g；

$m_2$ ——灼烧后试样与坩锅的总质量，g。

取重复试验结果的算术平均值作为灼烧基。

## 7 计算

7.1 试样中氯含量  $X$  [% ( $m/m$ )] 按式 (2)、(3) 和式 (4) 计算：

$$K = \frac{0.2 \times 10^{-3}}{\text{反} \log \left( \frac{E_1 - E_2}{S} \right) - 1} - 0.2 \times 10^{-3} \quad (2)$$

$$c = \frac{A}{\text{反} \log \left( \frac{E_1 - E_2}{S} \right) - 1} - K \quad (3)$$

$$X = \frac{c \times 35.45 \times 50}{m \times 1000} \times 100 = \frac{c \times 177.25}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中： $K$ ——空白试验测得的氯离子浓度，mol/L；

$0.2 \times 10^{-3}$ ——加入 0.1mL 氯化钠基准溶液后被测溶液浓度变化值，mol/L；

$A$ —— $0.2 \times 10^{-3}$ [氯含量小于 1% (m/m)]时，加入 0.1mL 氯化钠基准溶液后被测溶液浓度变化值，mol/L； $1 \times 10^{-3}$ [氯含量大于或等于 1% (m/m)]时，加入 0.5mL 氯化钠基准溶液后被测溶液浓度变化值，mol/L]；

$E_1$ ——第一次测定的电位值，mV；

$E_2$ ——第二次测定的电位值，mV；

$S$ ——电极斜率；

$c$ ——试液中的氯离子浓度，mol/L；

$m$ ——试样的质量，g。

7.2 若以灼烧基计，试样中的氯含量  $X_1$  [% (m/m)] 则应按式(5)计算：

$$X_1 = \frac{X}{B} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中： $B$ ——试样的灼烧基，% (m/m)；

$X$ ——式(4)中氯含量，% (m/m)。

## 8 精密度

重复性：同一操作者重复测定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。