

1 主题内容与适用范围

本标准规定了加氢精制催化剂中镍含量的测定方法。

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，溶液中的二价镍离子在碱性溶液中并有氧化剂存在的条件下，与丁二肟生成可溶性的红色络合物 $[\text{Ni}(\text{C}_4\text{H}_7\text{N}_2\text{O}_2)_2(\text{H}_2\text{O})_2]^{+2}$ ，然后用比色法进行测定。

3 仪器与材料

3.1 仪器

a. 分光光度计：能在 460nm 波长区中作吸光度测量。

b. 容量瓶：100, 250, 1000mL。

c. 移液管：5, 10mL。

d. 滴定管：10mL。

e. 量筒：10, 20mL。

f. 烧杯：100, 250mL。

g. 表面皿。

h. 漏斗：直径 75mm。

i. 洗瓶。

3.2 材料

pH 试纸：pH1 ~ 14。

4 试剂

4.1 酒石酸钾钠：分析纯，配成 200g/L 溶液。

4.2 氢氧化钠：分析纯，配成 50g/L, 100g/L 溶液。

4.3 过硫酸铵：分析纯，配成 30g/L 溶液(易失效，不宜多配)。

4.4 丁二肟碱溶液：配成 10g/L 溶液(其中稀释剂为 50g/L 氢氧化钠溶液)。

4.5 硫酸：分析纯，配成 1:1(按体积比)溶液。

4.6 盐酸：分析纯。

4.7 硝酸：分析纯。

4.8 氧化镍：光谱纯(或镍丝：纯度 99.9%)。

5 准备工作

5.1 王水：盐酸与硝酸以 3:1(按体积比)相混合。此溶液于使用前配制。

5.2 镍标准溶液的配制

准确称取光谱纯氧化镍 0.1273g 于 100mL 烧杯中，加入 20mL 王水，缓慢地加热溶解，如有残余物则需补加少量王水，继续加热至全部溶解。冷却后转移到 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度并摇匀。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。此溶液每毫升含镍 0.01mg。本标准溶液可保存半年，如出现浑浊或沉淀，应重新配制。

5.3 工作曲线的绘制

用 10mL 滴定管准确量取镍标准溶液 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00mL 于 100mL 容量瓶中，各加入 200g/L 酒石酸钾钠溶液 10mL, 100g/L 氢氧化钠溶液 10mL, 30g/L 过硫酸铵溶液 10mL, 10g/L 丁二肟碱溶液 10mL, 再用水稀释至刻度，并摇匀。放置 10min 后，用同样试剂同时作空白试验。用 3cm 比色皿在分光光度计上的 460nm 波长处测定其吸光度。以吸光度为纵坐标，镍毫克数为横坐标，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。取出后在干燥器中放 20min。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，用水稀释到刻度，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 5.3 条进行操作。测定溶液的吸光度，从工作曲线上查出溶液中镍的毫克数。

注：试样溶液的取样量，可按试样中镍的含量范围作适当的增减。

7 计算

试样中镍含量 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镍毫克数；

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。