

ICS 71.100.99

CCS G 74

备案号:

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

重整催化剂中铂含量的测定 电感耦合
等离子体发射光谱法

Determination method of platinum content for reforming catalysts—Inductively
coupled plasma optical emission spectrometry

(报批稿)

(本稿完成日期: 2021.10)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部

发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会化工催化剂分技术委员会（SAC/TC63/SC10）归口。

本文件起草单位：北京三聚环保新材料股份有限公司、常州大学、广州衡创测试技术服务有限公司、中石化南京化工研究院有限公司、东莞市起点信息科技有限公司。

本文件主要起草人：单红飞、何明阳、李晓凡、杨南军、陈延浩、曾飞、倪雪梅、谢远波。

重整催化剂中铂含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

警示——本文件中使用的部分试剂具有氧化性、腐蚀性，操作时须小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。

1 范围

本文件规定了电感耦合等离子体发射光谱法测定重整催化剂中铂含量。

本文件适用于以氧化铝为载体的重整催化剂中铂含量的测定，铂质量分数测定范围为0.050%~0.600%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

用电感耦合等离子体发射光谱仪，使用高纯氩气火焰，于波长214.4nm处，测定试料溶液中铂的分析线信号强度，用工作曲线法定量。

5 一般规定

本文件所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指优级纯试剂和GB/T 6682中规定的二级水。试验中所用制剂及制品，在没有注明其他要求时，按GB/T 602和GB/T 603的规定制备。

6 试剂或材料

- 6.1 六水合三氯化铝：分析纯。
 6.2 硝酸。
 6.3 盐酸。
 6.4 王水溶液：浓盐酸 30mL+浓硝酸 10mL。
 6.5 硝酸溶液：1+30。
 6.6 铂（Pt）标准溶液：1000 μ g/mL。
 6.7 高纯氩气：纯度大于等于 99.999%。

7 仪器设备

- 7.1 电感耦合等离子体发射光谱仪。
 7.2 微波消解仪。
 7.3 分度吸量管：0.2mL、0.5mL、1mL、10mL，GB/T 12807 A类。
 7.4 容量瓶：100mL，GB/T 12806 A类。

8 样品

8.1 实验室样品

按GB/T 6679的规定取得。

8.2 试样

将实验室样品混合均匀，用四分法分取约10g，置于玛瑙研钵中研细，使试样全部通过75 μ m试验筛（符合GB/T 6003.1中R40/3系列），放入称量瓶中，在120 \pm 5 $^{\circ}$ C烘箱中干燥2h后取出，稍冷后放入干燥器内，冷却至室温，备用。

8.3 试料溶液的制备

称取约0.20g试样（ m_1 ），精确至0.0001g，置于微波消解罐中，加入12mL王水，充分混匀。将微波消解罐放入消解仪中，待试样消解完全，取出自然冷却后，转移至100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀后待测定。微波消解仪推荐消解条件见表1。

表1 微波消解仪推荐消解条件

步骤	功率/W	升温时间/min	控制温度/ $^{\circ}$ C	保持时间/min
1	700	5	150	10
2	700	4	180	20

9 试验步骤

9.1 空白溶液的制备

称取约9.0g六水合三氯化铝，精确至0.0001g，置于烧杯中，加入适量水溶解，转移至100mL容量瓶中，用水稀释至刻度。分别移取10mL溶液至六只100mL容量瓶中，加入12mL王水，混匀，备用。

9.2 工作曲线的绘制

9.2.1 取六只含空白溶液的 100mL 容量瓶，分别加入铂 (Pt) 标准溶液 0mL、0.2mL、0.4mL、0.6mL、0.8mL、1.0mL。用水稀释至刻度并摇匀，对应标准溶液中铂的质量浓度分别为 0 μ g/mL、2 μ g/mL、4 μ g/mL、6 μ g/mL、8 μ g/mL、10 μ g/mL。

9.2.2 按仪器工作条件，用高纯氩气等离子体火炬，以空白溶液调零，于波长 214.4nm 处测定溶液的分析线信号强度。

9.2.3 以上述溶液中铂的质量浓度（单位为微克每毫升）为横坐标，铂的分析线的信号强度值为纵坐标，绘制工作曲线，工作曲线的相关系数应不小于 0.9998。

9.3 试料的测定

用硝酸溶液冲洗系统，按 9.2.2 中的规定测定试料溶液中铂的分析线信号强度，从工作曲线上查出试料溶液中铂的质量浓度。若样品中待测元素浓度超出标准曲线范围，样品需稀释后重新测定。

9.4 灼烧基的测定

称取约 1g 试样 (m_2)，精确至 0.0001g，置于已恒量的瓷坩埚 (m_3) 中，坩埚盖倾斜放置于坩埚上，放在马弗炉内，于 800 $^{\circ}$ C \pm 25 $^{\circ}$ C 恒温 3h 后，取出，放入真空干燥器内，冷却 1h 后，称重 (m_4)。

10 试验数据处理

10.1 灼烧基质量分数

灼烧基质量分数 ω_1 ，按式 (1) 计算：

$$\omega_1 = \frac{m_4 - m_3}{m_2} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

m_4 ——灼烧后试样与坩埚总质量的数值，单位为克 (g)；

m_3 ——空坩埚质量的数值，单位为克 (g)；

m_2 ——灼烧前试样质量的数值，单位为克 (g)。

取三次测定结果的算术平均值作为样品的灼烧基，计算结果表示到小数点后两位小数。

10.2 铂 (Pt) 质量分数

铂 (Pt) 质量分数 ω_2 ，按式 (2) 计算：

$$\omega_2 = \frac{\rho V f}{m_1 \omega_1 \times 10^6} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

ρ ——试样中铂的质量浓度的数值，单位为微克每毫升 (μ g/mL)；

V ——试料溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

f ——稀释倍数；

m_1 ——试样质量的数值，单位为克 (g)；

ω_1 ——样品灼烧基质量分数的数值，以%表示。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果，结果保留三位有效数字。

铂质量分数大于等于0.1%时，两次平行测定结果的绝对差值应不大于0.015%，铂质量分数小于0.1%时，两次平行测定结果的绝对差值应不大于0.003%。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示