

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

铂钯系脱氧剂化学成分分析方法

Analytical method of chemical composition for Pt/Pd deoxidizer

(报批稿)

(本稿完成日期: 2022.3)

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：山东柏森化工技术检测有限责任公司、西南化工研究设计院有限公司、山东省产品质量检验研究院、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：邹惠玲、李晓华、郑珩、纪罗军、白亚昊、刘金升、罗天才、刘毅、王萌、谢远波、陆胜兰。

铂钯系脱氧剂化学成分分析方法

1 范围

本文件规定了铂钯系脱氧剂化学成分分析方法。

本文件适用于铂钯系脱氧剂中铂（Pt）、钯（Pd）、镁（Mg）、铁（Fe）、磷（P）、硫（S）、氯（Cl）质量分数的测定。

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 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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 样品

4.1 实验室样品

按GB/T 6679中的规定取得。

4.2 试样

将实验室样品混合均匀，用四分法分取约40g，在瓷研钵中破碎研细后，用四分法分取约20g，继续研细至试样全部通过150 μ m试验筛（按照GB/T 6003.1中R40/3系列），置于称量瓶中，于105℃干燥至恒量，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 硫酸：优级纯。

4.3.1.2 王水：盐酸（优级纯）和硝酸（优级纯）按体积比为3:1配制。

4.3.2 操作步骤

4.3.2.1 试料溶液 A 的制备

称取约0.05g试样，精确至0.0001g，置于100mL烧杯中。在通风橱内，缓慢加入4mL王水和8mL硫酸，盖上表面皿，缓慢加热（保持微沸）至试料溶解成完全透明状，立即取下烧杯，冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用少量水冲洗烧杯数次，洗液一并移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液用于铂、钯、镁、铁、磷质量分数的测定。

4.3.2.2 试料溶液 B 的制备

称取约0.05g试样，精确至0.0001g，置于150mL烧杯中，加水约60mL，盖上表面皿，在可调电炉上加热至微沸，并保持30min，用不含氯化物的双层慢速滤纸（用煮沸5min的水以倾泻法洗涤滤纸10遍）以倾泻法将浸取液滤入100mL容量瓶中，将滤纸放入烧杯中，再加水约60mL，重复上述步骤，以倾泻法将浸取液滤入上述100mL容量瓶中，用热水将烧杯中沉淀移到滤纸上，再用适量热水充分洗涤，待滤液冷却至室温后用水稀释至刻度，摇匀。此溶液用于硫、氯质量分数的测定。

5 铂（Pt）、钯（Pd）、镁（Mg）、铁（Fe）、磷（P）质量分数的测定

5.1 原理

采用电感耦合等离子体发射光谱仪测定痕量的金属元素，利用标准曲线法定量分析样品中的金属含量。

5.2 试剂或材料

5.2.1 水：符合 GB/T 6682 中三级水的要求，并且待测金属元素含量在 $1\mu\text{g}/\text{kg}$ 以下。

5.2.2 硫酸：优级纯。

5.2.3 铂（Pt）、钯（Pd）、镁（Mg）、铁（Fe）、磷（P）标准溶液：每种元素浓度 $0.1\text{mg}/\text{mL}$ 。按 GB/T 602 配制或购买经过认证的市售产品，可用多元素标准溶液。

5.3 仪器设备

5.3.1 电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）。

5.3.2 容量瓶：100mL 塑料容量瓶或石英玻璃容量瓶。

5.4 试验步骤

5.4.1 工作曲线的绘制

取六只100mL容量瓶，分别加入各元素标准溶液0.00mL、0.20mL、0.40mL、0.60mL、0.80mL、1.00mL。在每个容量瓶中，各加入20mL水、4mL硫酸，用水稀释至刻度，摇匀。按仪器工作条件，用高纯氩气等离子体火焰，于对应波长处测定溶液中待测元素的分析线信号强度，绘制工作曲线。各元素推荐使用的检测波长见表1。

表1 各元素推荐使用的检测波长

元素	波长/nm
Pt	265.94或214.42
Pd	340.46或363.47
Mg	285.21或279.08
Fe	238.20或239.56
P	213.617或214.91

5.4.2 测定

将试料溶液A注入电感耦合等离子体发射光谱仪中，按仪器工作条件，测定待测元素的分析线信号强度，从工作曲线上查得被测溶液中待测元素的质量浓度。

5.5 试验数据处理

待测元素质量分数 ω_1 ，按式（1）计算：

$$\omega_1 = \frac{c \times 100 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c ——从工作曲线上查得的待测元素质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

m ——试样质量的数值，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，钯元素平行测定结果的绝对差值应不大于0.005%，铂、镁、铁、磷元素平行测定结果的绝对差值应不大于0.001%。

6 硫（S）质量分数的测定

6.1 原理

将试样注入裂解管中，由进样器将试样送至高温燃烧管，在富氧条件下，硫被氧化成二氧化硫。试样燃烧生成的气体在除去水后被紫外光照射，二氧化硫吸收紫外光的能量转变为激发态的二氧化硫。当激发态的二氧化硫返回到稳定态的二氧化硫时发射荧光，并由光电倍增管检测，根据所得信号值计算出试样的硫含量。

6.2 试剂或材料

6.2.1 水：符合 GB/T 6682 中三级水的要求。

6.2.2 硫（S）标准溶液：0.1mg/mL。按 GB/T 602 配制或购买经过认证的市售产品。

6.3 仪器设备

6.3.1 紫外荧光法硫分析仪。

6.3.2 容量瓶：100mL 塑料容量瓶或石英玻璃容量瓶。

6.4 试验步骤

6.4.1 工作曲线的绘制

取六只100mL容量瓶，分别加入硫(S)标准溶液0.00mL、0.20mL、0.40mL、0.60mL、0.80mL、1.00mL。用水稀释至刻度，摇匀。按仪器工作条件，进行数据采集，绘制工作曲线。

6.4.2 测定

将试料溶液B注入紫外荧光法硫分析仪中，按仪器工作条件，测定硫元素的信号响应值，从工作曲线上查得待测溶液中硫的质量浓度。

6.5 试验数据处理

硫(S)质量分数 ω_2 ，按式(2)计算：

$$\omega_2 = \frac{c \times 100 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c ——从工作曲线上查得的硫质量浓度的数值，单位为毫克每升(mg/L)；

m ——试样质量的数值，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，平行测定结果的绝对差值应不大于0.001%。

7 氯(Cl)质量分数的测定

7.1 原理

通过洗脱剂将溶于流动相中的样品导入色谱柱中，利用各种离子性化合物与固定相表面离子性功能基团之间的电荷相互作用(离子交换)的差异来分离，并用检测器测定离子的种类成分。

7.2 试剂或材料

7.2.1 水：符合GB/T 6682中三级水的要求。

7.2.2 碳酸钠：优级纯。

7.2.3 碳酸氢钠：优级纯。

7.2.4 淋洗液：3.2mmol/L碳酸钠+1.0mmol/L碳酸氢钠溶液。称取0.3392g碳酸钠和0.0840g碳酸氢钠加入适量水溶解，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。或根据仪器色谱柱选择淋洗液。

7.2.5 氯(Cl)标准溶液：0.1mg/mL。按GB/T 602配制或购买经过认证的市售产品。

7.3 仪器设备

7.3.1 离子色谱仪：配有电导检测器。

7.3.2 容量瓶：100mL塑料容量瓶或石英玻璃容量瓶。

7.4 试验步骤

7.4.1 工作曲线的绘制

取六只100mL容量瓶，分别加入氯(Cl)标准溶液0.00mL、0.20mL、0.40mL、0.60mL、0.80mL、1.00mL。用水稀释至刻度，摇匀。按仪器工作条件，进行数据采集，绘制工作曲线。

7.4.2 测定

将试料溶液B注入离子色谱仪中，按仪器工作条件，测定氯的信号响应值，从工作曲线上查得待测溶液中氯的质量浓度。

7.5 试验数据处理

氯（Cl）质量分数 ω_3 ，按式（3）计算：

$$\omega_3 = \frac{c \times 100 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

c ——从工作曲线上查得的氯质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

m ——试样质量的数值，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，平行测定结果的绝对差值应不大于0.001%。