

ICS XX. XXX
G XX

CPCIF

中国石油和化学工业联合会团体标准

T/CPCIF 00XX—20XX

一氧化碳助燃剂中铂含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

Determination of platinum contents in carbon monoxide combustion-
Inductively coupled plasma optical emission spectrometry

(征求意见稿)

20XX-XX-XX 发布

20XX-XX-XX 实施

中国石油和化学工业联合会 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。

本文件由中国石油和化学工业联合会标准化工作委员会归口。

本文件起草单位：中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院。

本文件参加起草单位：

本文件主要起草人：XXX。

一氧化碳助燃剂中铂含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

警告：使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件描述了采用电感耦合等离子体发射光谱法测定一氧化碳助燃剂中铂含量的方法。

本文件适用于以氧化铝为载体的一氧化碳助燃剂中铂元素含量的测定，铂元素最低检测浓度为3.00 mg/kg。

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 620 化学试剂 氢氟酸

GB/T 622 化学试剂 盐酸

GB/T 626 化学试剂 硝酸

GB/T 6003 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 17418.1 地球化学样品中贵金属分析方法 第1部分：总则及一般规定

GB/T 23942 化学试剂 电感耦合等离子体原子发射光谱法通则

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法概要

用盐酸、硝酸和氢氟酸作为试样消解液，在压力溶弹内加热条件下进行消解，冷却过滤后获得试样溶液。选择铂 265.945 nm 作分析线，试样经雾化进入等离子体发射光谱仪等离子炬，进行测试，在校准曲线上对强度和浓度进行关联。

5 试剂与材料

5.1 除非另有说明，仅使用分析纯及以上试剂，所用水应符合 GB/T 6682 中二级水的规定。

5.2 浓盐酸：符合 GB/T 622 分析纯的要求。

警告：强腐蚀性。

5.3 浓硝酸：符合 GB/T 626 分析纯的要求。

警告：强氧化剂。

5.4 氢氟酸：符合 GB/T 620 分析纯的要求。

警告：强腐蚀性。

5.5 硝酸溶液：1+4。

5.6 硝酸溶液：1+49。

5.7 氯化铝：结晶氯化铝，分析纯。

5.8 铂元素标准储备溶液 I：1000 mg/L。

推荐使用市售有证标准溶液。

5.9 铂元素标准储备溶液 II：100 mg/L。

取 10.00 mL 铂元素标准储备溶液 I（5.8）于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液（5.6）稀释定容，混匀，保存备用。

5.10 高纯氩气：纯度 99.99%（v/v）。

6 仪器与器皿

6.1 电感耦合等离子体发射光谱仪：具有石英矩管和高频发生器能形成等离子体的电感耦合等离子体发射光谱仪。

6.2 电子天平：感量 0.0001 g。

6.3 烘箱：可进行程序升温，使用温度范围室温~250 °C，温度感量±1 °C。

6.4 控温加热板：温控范围 50 °C~500 °C，加热功率 1500 W。

6.5 研磨机：最小出料尺寸 20 μm。

6.6 试验筛：孔径小于 0.074 mm，符合 GB/T 6003 的要求。

6.7 压力容弹：聚四氟乙烯内罐容积为 50 mL，外罐为不锈钢体（推荐使用带防爆孔）。

6.8 聚四氟乙烯容量瓶：100 mL。

6.9 聚四氟乙烯烧杯：50 mL。

6.10 玻璃容量瓶：100 mL。

6.11 移液管：1 mL，2 mL，10 mL。

6.12 干燥器：干燥剂为变色硅胶。

6.13 聚四氟乙烯漏斗。

6.14 滤纸：定性滤纸。

7 分析步骤

7.1 容器清洗

实验所用聚四氟乙烯内罐、容量瓶等器皿均需要用硝酸溶液（5.5）经过 24 h 浸泡，再依次用自来水、去离子水冲洗干净，每次用完均需按此法处理。

7.2 试样

使用研磨机（6.5）制备试样，试样粒度应小于 74 μm，试样应全部通过小于 0.074 mm 孔径试验筛，获得试样置于 100 °C±5 °C 烘箱中干燥 2 h，冷却至室温后密封保存于干燥器中备用。

7.3 试样溶液的制备

7.3.1 准确称取约 0.5g (精确至 0.0001 g) 试样于聚四氟乙烯内罐，加入 6.0 mL 浓盐酸 (5.2)，3.0 mL 浓硝酸 (5.3) 和 2.0 mL 氢氟酸 (5.4)，慢慢摇匀盖好内盖，置于压力容器外罐内密封。

7.3.2 放入已预热至 180 °C 的烘箱中，保持工作 240 min，工作完成后待箱内温度自然冷却至室温。

7.3.3 取出聚四氟乙烯内罐，将罐中的消解液使用聚四氟乙烯漏斗 (6.13) 经滤纸 (6.14) 过滤至 50 mL 聚四氟烧杯中，用去离子水反复冲洗滤纸中残渣 3~4 次。

7.3.4 将聚四氟烧杯置于控温加热板 (6.4) 上加热 (加热温度不超过 180 °C) 将酸除去，剩余少量，转移至 100mL 聚四氟容量瓶中，用稀硝酸溶液 (5.6) 稀释至刻度，摇匀后待测。

7.4 空白溶液的制备

除不加试样外，用上述步骤 (7.3) 制备试样空白溶液。

7.5 铂元素系列标准溶液的制备

用移液管分别移取 0 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 和 3.00 mL 铂元素标准储备溶液 II 于 100 mL 容量瓶中，为和样品溶液基体保持一致，可加入与样品溶液浓度相匹配的一定质量氯化铝 (5.7)，用硝酸溶液 (5.6) 进行稀释，定容至刻度，制备成空白溶液和质量浓度分别为 0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L 和 3.00 mg/L 的系列铂标准溶液备用。

注：氯化铝的加入量，应根据试样溶液中铝含量进行计算确定，精确至 0.0001 g。

7.6 仪器准备

7.6.1 按照电感耦合等离子体发射光谱仪 (6.1) 说明书进行操作，建立适当的仪器工作条件，典型仪器操作参数见附录 A。

7.6.2 蠕动泵在使用前检查泵管，必要时进行更换，检查溶液吸入的速率，并调节至所需的泵速。

7.6.3 点着 ICP 激发源后，应预热 5 min~10 min，再进行测试。仪器预热期间，通过蠕动泵将水引入等离子体炬。

注：具体预热时间按照所使用仪器的要求而定。

7.6.4 推荐铂元素测定波长参见表 1。

表 1 推荐波长

单位为纳米 (nm)

元素	常用波长	其他波长
铂	265.945	204.937、214.423、299.797

7.7 检测

7.7.1 标准工作曲线的绘制

在设定的仪器工作条件下，按浓度由低至高依次测定铂元素系列标准溶液。以元素浓度为横坐标 (X)，发射光谱强度为纵坐标 (Y) 绘制标准工作曲线，铂元素工作曲线的线性相关系数应大于等于 0.9995。

7.7.2 试样的测定

按照附录 A 设定的仪器工作条件，对待测试样溶液进行测定，所得试样溶液中元素的浓度使用浓度直读方式读取。每分析完一个试样需要用水喷雾冲洗炬管至少 10 s，当分析到 5 个试样时要用标准溶液 (任意一个) 校正一次，其测定结果与实际浓度值相对偏差应小于等于 5%，否则应重新建立标准曲线进行测试。

如果测试样品溶液浓度超出标准曲线的线性范围，应该对该样品溶液进行适当稀释至标准曲线范围水平内再进行测定。

注 1：如果仪器有自动扣除空白值功能，可以在测定样品之前将仪器设为自动扣除模式；如果仪器没有此功能，在完成样品测定之后，再手动扣除。

注 2：测试试样如果需要进行稀释，请使用空白液（7.4）进行稀释，以保证测定试样溶液基体与标准溶液匹配。

8 结果计算

试样中铂元素含量 X ，以毫克每千克（mg/kg）计，按式（1）计算：

$$X = \frac{(C - C_0) \times V}{m} \times F \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C ——仪器直接测定试样的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

C_0 ——试样空白溶液的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

F ——稀释倍数；

m ——试样的质量，单位为克（g）。

取两次测定结果的算术平均值作为测定结果，计算结果保留小数点后两位。

9 精密度

9.1 重复性（95%置信水平）

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立测试获得的两次独立测试结果的绝对差值 r （每个值均为两次结果的平均值）不大于表2中列出的重复性。

9.2 再现性（95%置信水平）

在不同实验室，由不同操作者使用不同的设备，按相同的测试方法，对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值 R （每个值均为两次结果的平均值）不大于表2中列出的再现性。

表2 精密度结果

单位为毫克每千克（mg/kg）

元素	重复性	再现性
铂	$r = 0.334w^{0.510}$	$R = 0.152w^{0.797}$
注： w 是两次独立测试结果的平均值。		

10 试验报告

测试报告中应明确包括下列内容：

- a) 试样本身必要详细说明，例如样品名称、批号、采样地点、采样日期、采样时间等；
- b) 本文件编号；
- c) 分析结果；
- d) 测定过程中存在的异常现象及其说明；
- e) 试验日期、试验报告出具日期、实验室名称和地址。

附 录 A
(资料/规范性附录)

推荐的电感耦合等离子体发射光谱仪测试参数见表 A. 1。

表 A. 1 典型电感耦合等离子发射光谱仪的操作参数

项 目	工作参数
功率/kW	1300
频率/MHz	40.68
载气压力/MPa	0.221
冷却气/ (L/min)	15
辅助气/ (L/min)	0.5
雾化气/ (L/min)	0.8
泵速 (mL/min)	1.5
积分时间/s	20
积分次数	3

注：不同型号仪器根据实际情况而定，上述仪器参数和工作条件仅供参考。

《一氧化碳助燃剂中铂含量的测定
电感耦合等离子体发射光谱法》
(征求意见稿)

编 制 说 明

编制组

二〇二二年十二月

1 工作简况

1.1 任务来源

本标准根据中国石油和化学工业联合会《关于印发 2020 年第二批中国石油和化学工业联合会团体标准项目计划的通知》（中石化联质标函[2020]33 号）的要求，目前已完成《一氧化碳助燃剂中铂含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》团体标准的制定工作。本标准由中国石油和化学工业联合会提出，归口于中国石油和化学工业联合会。由中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院起草完成。

1.2 标准主要起草单位、协作单位、主要起草人

本标准由中国石油天然气股份有限公司石油化工研究院起草。协作完成单位中国石油大庆勘探开发研究院、石油化工研究院、中海油化工与新材料科学研究院和美国 PE 公司北京分公司。

本标准主要起草人：***。

1.3 制定标准目的和意义

一氧化碳助燃剂是用于辅助催化裂化系统产生的一氧化碳进行完全燃烧或部分燃烧的一种添加剂，使再生器中生成的一氧化碳转化为二氧化碳，降低再生剂含碳量，保持催化剂的活性，改善催化剂再生效果；同时回收这部分反应热，具有回收系统能量、减少环境污染、改善产品分布、增加液相收率和操作平稳程度等优点。

目前国内外催化裂化装置普遍使用的一氧化碳助燃剂是 Al_2O_3 负载铂、钨、铈、钼、钨、钨、铈、铈等贵金属元素作为活性组分，其中以铂系应用最为广泛。贵金属铂（Pt）对一氧化碳及烃类的燃烧有极好的催化活性，催化剂中 Pt 含量对催化剂的性能有较大影响，活性随 Pt 含量的增加而增强，但贵金属资源短缺，价格昂贵，含量过高会增加催化剂成本增加，不利于实际生产应用。此外，催化裂化装置通常根据装置的热平衡情况选用一氧化碳完全燃烧或部分燃烧操作规程，完全燃烧时助燃剂的加入量，相当于装置总催化剂含 0.5 mg/kg 的贵金属，部分燃烧时应低于此数，并应采用分次少量加入的方式操作。再生器中一氧化碳燃烧的程度可用助燃剂加入量和再生空气量加以控制，部分燃烧时不仅要控制助燃剂加入量，还要严格控制再生空气量。催化裂化装置掺炼重油量加大以及其它助剂（如金属钝化剂）的使用，都会对助燃剂的活性产生不利影响，根据催化剂再生情况来及时调整助燃剂的加入量。另外，根据不同的催化裂化催化剂再生方式和装置实际状况，选用不同规格的助燃剂，生产上更换不同规格的助燃剂时，需要对其中贵金属含量需要进行检测，控制贵金属含量，做到生产上充分利用，避免使用高含量的铂助燃剂增加生产成本，造成不必要的浪费，低含量的铂助燃剂会影响生产中燃烧的效果。因此，严格控制和准确测定一氧化碳助燃剂中贵金属铂的含量具有重要意义，以发挥较好的经济效益和社会效益。

1.4 工作过程的简要说明

本标准于 2020 年 7 月通过石化联合会标准化工作委员会立项，2020 年 8 月收到中石化联质标函[2020]33 号文件《2020 年中国石油和化学工业联合会第二批团体标准计划项目的通知》。2020 年 9 月至 12 月期间，开始成立标准编制工作小组，编制工作小组开展查阅有关文献、资料和调研，编写具体工作方案。2021 年 1 月至 12 月，根据工作方案，完成了本标准相关各项实验工作（包括仪器操作参数考察、相关实验条件考察），确定标准方法。2022 年 1 月至 6 月，开展不同实验室间的精密度验证工作。2022 年 7 月~12 月根据实验结果，编

制小组编制完成了标准征求意见稿、标准编制说明和研究报告等材料。准备向有关科研院所、生产单位和使用单位征求意见,同时中国石油和化学工业联合会公开在网上进行广泛征求意见。

2 标准编制原则和确定标准的依据

2.1 相关参考标准

GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写》。

GB/T6003.2-2012《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 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》。

GB/T 6682-2008《分析实验室用水规格和试验方法》

GB/T 17418.1-2010《地球化学样品中贵金属分析方法 第1部分:总则及一般规定》

GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分:试验方法标准》。

GB/T 23942-2009《化学试剂 电感耦合等离子体原子发射光谱法通则》

GB/T 27417-2017《合格评定 化学分析方法确认和验证指南》。

2.2 标准编制原则

标准制定本着“先进性、科学性和适用性”原则,制定过程做到统一、协调、优化,同时确保方法的准确性、实用性、可行性,既符合国内外发展的需要,也满足国内目前的实际需求情况。

2.3 标准制定的依据

查询国内外相关标准资料,参考现有标准,按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写》和GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分:试验方法标准》的规定和要求起草标准草案。

3 标准制定的主要内容

3.1 调研及综合分析

经过国内外文献检索,尚未检索到采用电感耦合等离子体发射光谱法测定一氧化碳助燃剂中铂含量的标准分析方法。结合生产和实际需要,开展本标准的研究工作具有一定先进性、科学性。因此,准确测定一氧化碳助燃剂中铂元素含量是监控相应产品性能,保质保量服务生产、服务科研的重要有效手段。目前有关催化剂中铂含量的测定国内采用相关的标准有GB/T 23524-2009《石油化工废催化剂中铂含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》和SH/T 0684-1999《分子筛和氧化铝基催化剂中钯含量测定法(原子吸收光谱法)》。标准GB/T 23524-2009铂测定范围在0.100%~0.800%,很多厂家的铂含量低至0.01%,甚至以下,因此该标准覆盖浓度范围较窄;此外,该方法涉及的前处理中使用硫酸(1+1) 40 mL,使用硫酸腐蚀性大,污染大,同时用量大,操作存在安全隐患,而且硫酸溶解贵金属铂效果并不理想,后续过程还需通入氯气,容易引起环境污染,操作过程较繁琐。标准SH/T 0684-1999中样品处理过程试剂用量小,常压160℃消解,操作简便,但常压湿法消解在常压下处理样品时间较长,酸腐蚀性大,易挥发,污染环境;此外,测试的仪器采用的是原子吸收光谱仪,该仪器测试存在电离干扰,需加入抗干扰剂来消除,另外原子吸收光谱检测还存在标准工作

曲线的线性范围窄、重复性不理想、操作时间长、气体消耗量大等不足，目前已经逐步被电感耦合等离子体原子发射光谱仪所代替。

本标准采用压力消解处理样品，该法较常压消解工效显著提高，一定压力和温度下，所用酸的活性被增强，固体试样可迅速被分解，同时将被测组份的挥发损失降到最小限度，有利于控制测定的准确度。密闭消解还能避免酸雾大量逸出，对保护环境和工作人员身体健康都极为有利。方法简便、快速、准确、自动化程度高、污染小、重现性好。关于一氧化碳助燃剂中铂含量测定国内还没有针对性的标准，因此有必要制定该标准，规范同行业一氧化碳助燃剂中铂含量测定的同时，以满足生产和科研需求，从原料到产品为工业生产提供有力的技术支持。

3.2 标准范围的确定

本标准适用于以 Al_2O_3 为载体的一氧化碳助燃剂中铂含量的测定。目前国内一氧化碳助燃剂产品种类繁多，经过收集国内不同厂家的相关试样进行测试研究，各家试样中的铂含量不尽相同，因此选择了有代表性的浓度水平试样进行了深入研究。研究发现一氧化碳助燃剂中 Pt 含量均有各自的高低，收集的产品铂含量有低至约 40 mg/kg 左右，高的达约 500 mg/kg，主要由于产品实际应用的方向不同，因此添加铂含量有所不同。进一步对本标准测定的范围进行研究，通过测定方法检出限来确定 Pt 元素测定的最低浓度。

方法检出限是指一个给定的分析方法在特定条件下能以合理的置信水平检出被测物的最小浓度，应用本方法平行测定含较小浓度的样品 11 次的浓度值，计算其标准偏差，以三倍的标准偏差值获得本标准方法的检出限，经过修约后的结果作为检测下限值，本标准方法 Pt 元素的检测下限为 3.00 mg/kg。由于一氧化碳助燃剂产品种类繁多，试样中 Pt 元素含量也不尽统一，实验研究中试样的 Pt 元素含量并不能包含所有试样含量，因此本标准未设定测定上限，对于高含量的样品可以通过稀释或减少取样量来满足测定的要求。

3.3 标准测定方法的确定

3.3.1 仪器工作参数的确定

在等离子发射光谱仪分析中，影响分析性能的因素较多，除仪器特性明显影响分析性能外，还包括仪器的主要工作参数，有射频功率、雾化气流量、载气流量、冷却气流量、观测高度、观测方式、积分时间等，适当地选择分析参数，将能够获得较好的分析性能。信背比（SBR）是在一定的分析谱线条件下，样品信号强度与背景信号强度的比值，相当于背景等效浓度，是衡量 ICP-AES 仪器工作条件优越与否的主要因素，理论上信背比越大越好。可以将各元素的信背比作为优化仪器工作参数的指标，以信背比作为优化目标可以得到各元素较好的检出限。通过改变各参数条件，考察了一定浓度 Pt 元素标准溶液在不同条件下的信背比值，确定射频功率、雾化气流量、冷却气流量、辅助气流量等仪器工作参数，优选出 Pt 元素测量的最佳仪器操作条件。

3.3.2 分析线选择

首先对分析线的选择，大部分元素仪器推荐的第一波长是比较常用的，当存在干扰时要观察谱图来选择干扰较小的波长，通过观察谱图选择峰形对称、趋近正态分布、基线平缓、边上杂峰较少的谱线。本标准研究使用的仪器中推荐的 Pt 元素的谱线有 265.945nm、214.423nm、299.797 nm 和 204.937 nm，对含浓度为 1.0 mg/kg 的 Pt 元素标准溶液和空白溶液进行谱图扫描分析，得到了 Pt 元素各分析线与信背比（SBR）的关系，信背比高的分析线对应的灵敏度较高。结果表明，在本台仪器上仅 265.945nm 有较好的峰型，平滑、分布正，周围干扰少，但相比之下，在 214.423 nm、299.797 nm 和 204.937 nm 均有不同程度的干扰，

并且 299.797 nm 和 204.937 nm 两条线灵敏度较低, 因此本仪器选择信背比高的分析线 265.945 nm 作为 Pt 元素的分析线。此外, 不同厂家不同型号的仪器在使用上可能有适合其仪器条件的分析线, 可以选择该仪器推荐的分析线进行测定。

3.3.3 溶解酸种类和用量的考察

用于消解样品的酸主要有硝酸、硫酸、盐酸、高氯酸、氢氟酸和双氧水, 确保固体催化剂样品的完全分解, 使用前确定使用酸在样品分解程序中作用。盐酸是实验室中最常用的强酸之一, 可以溶解大部分活泼金属及其合金; 硝酸是应用最为广泛的强氧化性酸, 能分解大多数样品; 硫酸属于难挥发酸, 沸点在 250°C, 多用于有机化合物的分解, 硫酸的高沸点使得消解后多余的酸较难排除; 氢氟酸是一种易挥发弱酸, 可以快速溶解硅、二氧化硅和硅酸盐等硅化合物, 实际中多和其它酸混合使用; 高氯酸对于有机物的分解及其有效, 分解有机样品时先用硝酸氧化, 使用时控制好用量和消化温度, 避免燃烧和爆炸危险。此外, 3 倍体积浓盐酸和 1 倍体积浓硝酸混合成为王水, 王水易溶解金、铂及其合金等。因此本试验考察盐酸、硝酸和王水, 以及使用氢氟酸, 对样品溶解效果, 以及对使用酸的用量进行考察, 确定较适宜的酸用量。

试验选择同一样品, 分别使用盐酸、硝酸、王水、以及王水和氢氟酸混酸, 同时对酸选择不同使用量进行处理, 每组样品选择 3 个平行样进行测定。通过对使用酸种类和酸用量的考察可以看出, 单独使用盐酸、硝酸或王水, 均能将样品溶解, 但铝基体的存在会导致 Pt 结果偏低; 使用王水和氢氟酸, 获得 AlF_3 沉淀, 除去了溶液中的 Al 基体, Pt 测定结果准确。使用王水同时氢氟酸的使用量为 2mL 或 3mL 并未对结果产生明显变化, 因此方法选择 2mL 为氢氟酸的加入量。

3.3.4 压力消解操作条件确定

压力消解是在一定压力和温度下进行, 使所用酸活性增强, 适宜的温度下可以将难溶的固体试样迅速分解。聚四氟乙烯会在约 280 °C 发生软化, 所以消解温度不得超过 280 °C, 避免过高温度导致容器材质变形影响测定结果。因此适宜的压力消解温度对样品有效处理起到很重要的作用。多数文献报道, 通常可以选择 150 °C, 本试验选择 150 °C~220 °C, 考察不同温度点对样品的消解效果。

选取两个样品为代表, 每组样品选择 3 个平行样进行测定, 选取不同温度点 150 °C、180 °C、200 °C 和 220 °C 分别考察, 加热时间 4 h。试验结果表明低于 180 °C 时测定结果偏低, 180 °C 至 220 °C 结果比较接近, 考虑避免能源过度浪费, 另外考虑内罐为聚四氟乙烯材质, 不适合较高温度, 因此消解温度选择 180 °C 较适宜。

确定了压力消解的温度, 接下来压力消解的时间也是决定消解效果的因素之一。加热时间过长, 无疑是对能源的过度浪费; 加热时间过短, 样品容易消解不完全, 因此上述两个样品在不同时间 2.0 h、3.0 h、4.0 h 和 5.0 h 下分别进行处理, 对处理后样品进行测定, 试验结果表明, 温度不足 4 h, 测定结果均偏低, 温度在 4 h 及 4h 以上时, 测定结果稳定, 从节约能源角度考虑, 避免过度浪费能源, 因此, 方法确定消解时间为 4 h。

3.3.5 Al 基体对 Pt 元素测定影响的讨论

本方法研究的试样样品一氧化碳助燃剂多数是以 Al_2O_3 为载体, 关于以 Al_2O_3 为载体的催化剂中贵金属含量的测定, 国内现行的标准方法中大多使用将 Al_2O_3 完全溶解的方法, 但对于不同的光谱仪, 较高浓度的 Al 存在样品溶液中会对 Pt 元素测定产生不同程度的干扰, 因此可能有的仪器并不适用将 Al_2O_3 完全溶解的方法。因此, 本方法采取去除铝基体的方法获得待测溶液进行测定, 使本方法适用于更广泛的光谱仪。那么关于 Al_2O_3 完全溶解和除去

的两种处理方法获得的样品溶液对 Pt 测定有何影响，进一步深入了讨论。

对六个样品进行了相应的前处理，考察含 Al 基体和除 Al 基体对 Pt 元素测定影响。通过氢氟酸的添加，实现样品溶液出现 AlF_3 沉淀，通过定性滤纸的过滤除去沉淀物，获得除去 Al 基体的样品溶液（Al 含量约在 $50 \mu\text{g/mL}$ ）；另外，采取除未添加氢氟酸其他操作同本方法的试验（一氧化碳助燃剂溶解于盐酸和硝酸体系），能够获得含 Al 基体的样品溶液（Al 含量约在 40%）。对两种前处理获得的样品溶液进行测定，结果表明，在本台仪器上，Al 基体未除去的样品溶液中 Pt 的测定结果明显偏低。此外，通过观察谱图，判断 Al 基体的干扰情况，发现有 Al 基体存在时，Pt 谱图受到干扰，而导致倾斜，没有 Al 基体存在的 Pt 溶液谱图积分线保持水平。因此，在本台仪器上去除 Al 基体后的溶液进行测定能够获得更佳准确的 Pt 结果。

3.3.6 标准工作曲线绘制

按照文本操作步骤配制标准工作溶液并绘制工作曲线，Pt 元素的标准工作溶液浓度为 0、0.10 mg/L、0.20mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L 和 3.00 mg/L，为和样品溶液基体保持一致，可加入与样品溶液浓度相匹配的一定质量氯化铝，。在已经设定的仪器工作条件下，分别测定配制含有铝基体液的空白溶液和混合标准系列溶液，以各元素浓度为横坐标（X），发射光强度为纵坐标（Y）绘制标准工作曲线，Pt 元素获得相关系数建议大于等于 0.9995。本实验得到各元素 Pt 在 0.10 mg/kg~3.00 mg/kg 线性范围内相关系数为 0.9999，线性结果满意。

3.3.7 试样及空白溶液的制备

使用研磨机制备试样，试样粒度应小于 $74 \mu\text{m}$ ，试样应全部通过小于 0.074 mm 孔径试验筛，获得试样置于 $100 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ 烘箱中干燥 2 h，冷却至室温后密封保存于干燥器中备用。称取约 0.5 g（精确至 0.0001 g）样品于聚四氟乙烯内罐，加入 6.0 mL 浓盐酸，2.0 mL 浓硝酸和 2.0 mL 氢氟酸，慢慢摇匀盖好内盖，置于压力容器外罐内，放入已预热至 $180 \text{ }^\circ\text{C}$ 的烘箱中，保持工作 240 min，工作完成后，待箱内温度自然冷却至室温后，取出内罐，将罐中的消解液使用聚四氟乙烯漏斗经滤纸过滤至 50 mL 聚四氟烧杯中，用去离子水反复冲洗滤纸中残渣 3~4 次，置于控温加热板上加热（加热温度不超过 $180 \text{ }^\circ\text{C}$ ）将酸除去，剩余少量，转移至 100 mL 聚四氟容量瓶中，用 1+49 稀硝酸溶液稀释至刻度，摇匀后待测。按上述条件制备空白溶液，除不加样品外，操作步骤和所用试剂与样品处理时相同。

3.3.8 分析测定

按照已设定的仪器工作条件，对待测试样溶液进行测定，所得试样溶液中元素的浓度使用浓度直读方式读取。每分析完一个试样需要用去离子水喷雾冲洗矩管至少 10 s，当分析到 5 个试样时要用标准溶液（任意一个）校正一次，其测定结果与实际浓度值相对偏差应小于等于 5%，否则应重新建立标准曲线进行测试。如果测试样品溶液浓度超出标准曲线的线性范围，应该对该样品溶液进行适当稀释至标准曲线范围水平内再进行测定。

注 1：如果仪器有自动扣除空白值功能，可以在测定样品之前将仪器设为自动扣除模式；如果仪器没有此功能，在完成样品测定之后，再手动扣除。

注 2：测试试样如果需要进行稀释，请使用空白液进行稀释，以保证测定试样的基体与标准溶液匹配。

3.3.9 试样选取

经过与国内多家石化炼厂和催化剂生产厂家沟通，对部分产品进行采购，收集到了国内一氧化碳助燃剂产品十余种，逐一进行了 Pt 含量分析，筛选出具有代表性的不同浓度水平

的试样共 6 个，水平分布在 35 mg/kg~500 mg/kg 范围，进一步开展了相关试验研究。本方法并不局限于上述浓度范围，对于更高浓度的样品同样适用于本方法，但未开展精密度的试验研究。

3.3.10 方法准确度

采用加标回收法对本标准研究的方法准确性进行验证，通常加标试验，加标量不能过大，一般为待测物含量的 0.5~2.0 倍为宜。选三组试样进行研究，将不同量的 Pt 标准样品加到试样中，按照本方法进行相应的压力消解前处理。测定试样中各待测结果并计算方法的回收率，各待测元素的加标回收率均在 97%~103% 之间，满足国标 GB/T 27417-2017 表 A.1 中方法回收率偏差值范围，表明本方法结果准确可靠。

项目组依据 GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第 2 部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》标准，对方法的精密度进行确定。项目组邀请 6 个实验室，对 6 个试样进行测定，样品主要来源国内石化炼油厂催化裂化装置用和催化剂生产厂，筛选出了覆盖 6 个水平的 Pt 含量范围，每个试样重复测定 2 次，参照 GB/T 6379.2 确定方法的精密度。

4 标准的技术水平评价

目前，我国现行的国标及行业标准中，还没有相应的测定一氧化碳助燃剂中铂含量的方法，有必要建立一氧化碳助燃剂中铂含量测定的标准，规范实验室现有分析手段。本标准制定及实施后，能够填补国内石化炼厂企业和催化剂厂家对一氧化碳助燃剂中铂含量分析方法的空白。本标准方法适应目前生产和科研的要求，分析方法准确、适用，总体水平达到国内先进水平。

5 标准的经济效果评价

一氧化碳助燃剂对用于催化裂化系统产生的一氧化碳进行完全燃烧或部分燃烧具有非常重要的作用，同时还有回收系统能量、减少、环境污染、改善产品分布、增加液相收率和操作平稳程度等突出优点。通过分析一氧化碳助燃剂中铂含量可以用来指导一氧化碳助燃剂生产工艺的加工合成过程，也为优化催化裂化工艺操作提供依据和参考，同时也为同行业新产品开发和生产，以及下游工业应用提供技术服务支持。

6 与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

至标准编制之日，尚未发现与计划编制标准相冲突的现行法律、法规和强制性国家标准。

7 重大分歧意见的处理经过和依据

无。

8 标准作为强制性标准或推荐性标准的建议

根据中国石油和化学工业联合会《关于印发 2020 年第二批中国石油和化学工业联合会团体标准项目计划的通知》（中石化联质标函[2020]33 号）的要求，本标准作为推荐性标准。

9 贯彻团体标准的要求和措施建议

无。

10 其他应予说明的事项

无。