

ICS 75.080

SH

中华人民共和国石油化工行业标准

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)

Standard test method for palladium in molecular
sieve catalysts and in aluminium oxide base catalysts
by atomic absorption spectrometry

1999-09-01发布

2000-04-01实施

国家石油和化学工业局 发布

中华人民共和国石油化工
行业标准
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)

SH/T 0684—1999

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码：100045

<http://www.spc.net.cn>

<http://www.gb168.cn>

电话：(010)51299090、68522006

2000 年 6 月第一版

*

书号：155066 · 2-12867

版权专有 侵权必究
举报电话：(010) 68522006

前　　言

本标准非等效采用美国材料与试验协会标准 ASTM D5153—1991《原子吸收法测定分子筛催化剂中钯含量标准试验方法》。

本标准与 ASTM D5153—1991 的主要差异如下：

为了提高本标准的适用性,将标准的适用范围扩大到可以测定氧化铝基催化剂和用过的催化剂;将测定钯的含量范围扩大。

将溶解分子筛催化剂使用的硫酸溶液改为用王水;增加了对用过催化剂的烧炭处理;增加了氧化铝基催化剂的溶样方法及测定步骤。

本标准由中国石油化工集团公司石油化工科学研究院归口。

本标准起草单位:抚顺石油学院。

本标准主要起草人:金　珊。

中华人民共和国石油化工行业标准

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)

SH/T 0684—1999

Standard test method for palladium in molecular
sieve catalysts and in aluminium oxide base catalysts
by atomic absorption spectrometry

1 范围

本标准规定了用原子吸收光谱法测定分子筛和氧化铝基催化剂中钯含量的方法。

本标准适用于新鲜的和用过的以分子筛和氧化铝为载体的含钯催化剂,钯含量范围为 $0.020\% (m/m) \sim 0.900\% (m/m)$ 。

2 引用标准

下述标准所包含的条文,通过引用而构成本标准的一部分。除非在标准中另有明确规定,下述引用标准都应是现行有效标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法概要

对分子筛催化剂,用王水和氢氟酸溶解试样,试样溶解后赶出剩余的氢氟酸。对氧化铝基催化剂,用王水加试样在压力溶弹内高温溶解。

两种试样溶解后加入氯化镧溶液,再用稀盐酸配成试样溶液。用原子吸收光谱仪测定钯标准溶液和试样溶液,由工作曲线法求出试样中的钯含量。在称取试样的同时再称取一份试样测定灼烧基损失。

4 意义和用途

本标准提出了新鲜的和用过的分子筛和氧化铝基催化剂中钯含量的测定方法。这对于新催化剂的研制生产和废催化剂中贵重金属钯的回收,具有十分重要的意义。

本标准不能用于除钯以外,含有其他贵金属催化剂试样的测定。

5 仪器与材料

5.1 仪器

5.1.1 原子吸收光谱仪:波长范围 $190\sim 900\text{ nm}$;当吸光度为0.1时,重复性为 ± 0.0003 。

5.1.2 分析天平:感量为 0.1 mg 。

5.1.3 高温炉: $1\ 000^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$ 。

5.1.4 瓷坩埚: 30 mL 。

5.1.5 烘箱:温度范围 $0\sim 300^\circ\text{C}$ 。

5.1.6 压力溶弹:聚四氟乙烯内杯的容积为 45 mL 。可在 $0\sim 200^\circ\text{C}$ 温度和 $0\sim 4\text{ MPa}$ 压力条件下工作。