铂/二氧化钛

Platinum on titanium dioxide

 （审定稿）

前言

本文件按照GB/T1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规则起草。

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。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）提出并归口。

本文件起草单位：西安凯立新材料股份有限公司、有色金属技术经济研究院。

本文件主要起草人：\*\*\*\*

铂/二氧化钛

警示——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，并保证国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了室温催化氧化除甲醛过程中使用铂/二氧化钛的要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存及质量证明书与订货单（或合同）等内容。

本文件适用于空气净化、工业尾气处理等领域中室温催化氧化除甲醛过程中使用的铂/二氧化钛催化剂。

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19587-2017 气体吸附BET法测定固体物质比表面积

GB/T 18801-2015 空气净化器

GB/T 19077-2016 粒度分布 激光衍射法

GB/T 19591-2004 纳米二氧化钛

**GB/T 19720-2005 铂合金首饰 铂、钯含量的测定 氯铂酸铵重量法和丁二酮肟重量法**

YS/T 361-2006 纯铂中杂质素的发射光谱分析

3 术语和定义

 本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1化学成分

产品的化学成分应符合表1的规定。

表1 化学成份

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  |  | Fe | Cu | Pb | Ni | As |
| Pt-0.003/TiO2 | 0.3%±0.02% | 0.005  | 0.003 | 0.001 | 0.005 | 0.001 |
| Pt-0.010/TiO2 | 1.0%±0.03% | 0.005 | 0.003 | 0.001 | 0.005 | 0.001 |
| Pt-0.020/TiO2 | 2.0%±0.05% | 0.005 | 0.003 | 0.001 | 0.005 | 0.001 |

4.2 比表面积

 产品的比表面积≥30m2/g。

4.3甲醛去除率

产品的甲醛去除率应符合表2的规定。

表2甲醛去除率

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 牌号 | 起活温度℃ | 完全转化温度% | 备注 |
| Pt-0.003/TiO2 | 20 | 40 | 起活温度是甲醛转化率为10%时对应的反应温度；完全转化温度是甲醛转化率为90%时对应的反应温度。 |
| Pt-0.010/TiO2 | 15 | 30 |
| Pt-0.020/TiO2 | 13 | 25 |

4.4 粒度

 产品的粒度≤38 um的比例应≥90%。

5 试验方法

5.1 化学成分

5.1.1 铂含量的测定

称取样品0.1g（精确到0.001g）放入100mL聚四氟乙烯罐中，加入3mL浓盐酸，1mL浓硝酸，1mL氢氟酸，赶酸板上150℃加热20min。冷却后补加3mL浓盐酸和1mL氢氟酸。放入微波消解仪，进行消解，消解的具体程序设置如表3所示。冷却后，纯水定容至50mL容量瓶中。待测ICP。标准曲线配制操作如下：铂标准溶液(GSB G 62067-90)1000ug/mL。分别取100uL，500uL，1mL，2mL，3mL用纯水定容至100mL容量瓶中。对应的标准曲线为：1ppm，5ppm，10ppm，20ppm，30ppm。

设备：赛默飞ICAP7400。铂的推荐测量波长为：299.797nm。

表3 铂含量测定的消解程序设置

|  |
| --- |
| 微波消解程序 |
| 起始温度℃ | 时间min | 结束温度℃ |
| 120 | 10 | 120 |
| 120 | 5 | 150 |
| 150 | 5 | 180 |
| 180 | 10 | 200 |
| 200 | 30 | 200 |

5.1.2 杂质元素含量的测定

杂质元素含量的测定操作如下：称取样品0.2g（精确到0.001g）放入100mL聚四氟乙烯罐中，加入6mL浓盐酸，2mL浓硝酸，2mL氢氟酸，赶酸板上150℃加热30min。冷却后补加3mL浓盐酸和1mL氢氟酸。放入微波消解仪，进行消解，消解的具体程序设置如表4所示。冷却后，补加1mL高氯酸，盖上表面皿赶酸板上200℃加热20min，冷却后纯水定容至25mL容量瓶中。参照YS/T 361-2006 纯铂中杂质素的发射光谱分析，测量其中杂质元素Fe、Cu、Pb、Ni的含量。杂质元素As的含量测定由标准曲线绘制测得。标准曲线配制操作如下：砷标准溶液GSB G 62028-90（3302） 1000ug/mL。分别取10uL，20uL，50uL，100uL，500uL绘制标准曲线。设备：赛默飞ICAP7400。As的推荐波长为234.984nm。

表4杂质含量测定的消解程序设置

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 起始温度℃ | 时间min | 结束温度℃ |
| 120 | 10 | 120 |
| 120 | 5 | 150 |
| 150 | 5 | 180 |
| 180 | 15 | 210 |
| 210 | 40 | 210 |

5.2比表面积

称取适量试样，精确至0.001g，按照GB/T 19587-2017规定的方法测定。

5.3甲醛去除率

甲醛去除率测定按照附录A进行。

5.4粒度

 产品的粒度按照GB/T 19077-2016规定进行。

6 检验规则

6.1 检查与验收

6.1.1 产品由供方或第三方进行检验，保证产品质量符合本文件及订货单的规定。

6.1.2 需方可对收到的产品按本文件的规定进行检验。如检验结果与本文件及订货单的规定不符时，应以书面形式向供方提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，应由供需双方在需方取样或协商确定。

6.2 组批

产品应成批提交验收，每批应由一次投料生产的产品组成。

6.3 检验项目

每批产品出厂前应进行化学成分、比表面积、甲醛去除率、粒度的检验。需方对甲醛去除率有要求，并在订货单中注明时，还应对产品的甲醛去除率进行检验。

6.4 取样和制样

产品的取样和制样应符合表3的规定。

表3铂/二氧化钛的取样和制样

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 检验项目 | 取样与制样方法 | 技术要求的章条号 | 试验方法的章条号 |
| 化学成分 | 分别从同一批次产品的四个不同位置勺取产品总量的1%~5%，但最少不少于50.0g样品，混合均匀后采用四分法缩分至检验所需样品数量。 | 4.1 | 5.1 |
| 比表面积 | 4.2 | 5.2 |
| 甲醛去除率 | 4.3 | 5.3 |
| 粒度 | 4.4 | 5.4 |

6.5 检验结果的判定

6.5.1 检验结果的数值按GB/T 8170的规定进行修约，并采用修约值比较法判定。

6.5.2 化学成分、甲醛去除率中有任意一项检验结果不合格，则判该批产品不合格。比表面积和粒度不作为判定项。

7 标志、包装、运输、贮存及随行文件

7.1标志

7.1.1 产品标志

在检验合格的产品上应有如下标志：

1. 供方名称；
2. 产品名称；
3. 牌号/规格、批号；
4. 状态。

7.1.2 包装标志

每件产品应注明：

1. 生产厂名称、商标；
2. 产品名称和牌号；
3. 包装上应有明显的“防火、防潮、阴凉通风”标志或字样；
4. 批号。

7.2 包装、运输、贮存

7.2.1 产品应装入聚丙烯或聚乙烯塑料袋/瓶中，严密封口。整齐放入木箱、纸箱或纸板桶中，用废纸、泡沫等进行填充，不得有松动现象。或按照客户要求进行包装。

7.2.2 产品可采用航空、铁路、公路或水运等方式运输。

7.2.3 产品应在密封的情况下，避光存放于阴凉干燥处，严防受潮。

7.3 随行文件

 每批产品应附有随行文件，其中除应包括供方信息、产品信息、本文件编号、出厂日期或包装日期外，还宜包括：

1. 产品质量保证书：

● 产品的主要性能与技术参数；

● 产品特点；

● 对产品质量所负的责任；

● 产品获得的质量认证及带供方技术监督部门检印的各项分析检验结果。

 b）产品合格证：

● 检验项目及其结果或检验结论；

● 批量或批号；

● 检验日期；

● 检验员签名或盖章。

c）产品质量控制过程中的检验报告及成品检验报告；

d）产品使用说明：正确搬运、使用、贮存方法等；

e）其他。

8 订货单内容

 需方可根据自身的需要，在定购本文件所列产品的订货单内，列出如下内容：

1. 产品名称；
2. 牌号；
3. 特殊要求；
4. 数量；
5. 甲醛去除率（需方有需要时）；
6. 本文件编号；
7. 其他。

附录A

（资料性）

甲醛氧化催化剂测试方法

**A.1 范围**

本方法适用于甲醛氧化催化剂的性能测试。

**A.2 规范性引用文件**

下列文件对本文件是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 15516-1995 空气质量 甲醛的测定 乙酰丙酮分光光度法

GB/T 18801-2015 空气净化器

**A.3 术语和定义**

下列定义适用于本标准。

甲醛去除率(w)：指甲醛浓度降低值与初始浓度之间的比率。

**A.4 原理**

甲醛气体吸收于水中，在pH=6.0的乙酸乙酸铵缓冲溶液中，与乙酰丙酮作用，生成稳定的黄色的3,5-二乙酰基-1,4-二氢卢剔啶，根据颜色深浅，在波长413nm处比色测定。其反应式如下：



酚大于甲醛1500倍、乙醛大于甲醛300倍时，不干扰测定。

**A.5 试剂或材料**

A.5.1 H2SO4溶液：C(1/2 H2SO4)=6mol/L，18mL浓H2SO4注入85mL水中；

A.5.2 H2SO4溶液：C(1/2 H2SO4)=1mol/L，3mL浓H2SO4注入100mL水中；

A.5.3 NaOH溶液：C(NaOH)=1mol/L，4gNaOH溶于100mL水中。

A.5.4 乙酰丙酮溶液：称取50g乙酸铵，加少量水溶解，加6mL冰醋酸及0.5mL乙酰丙酮，混匀，加水定容至100mL，冷藏保存。

A.5.5 甲醛储备液及标准溶液：量取0.7mL36～40％甲醛，用水稀释至250mL。临用时，取5mL甲醛储备液，用水稀释至1000mL得到甲醛标准溶液。

A.5.6 重铬酸钾基准液：C(1/6 K2Cr2O7)=0.05mol/L，称取110-130℃烘2h后的K2Cr2O7 0.613g，加少量水溶解，加水定容至250mL。

A.5.7 碘溶液：C(1/2 I2)=0.05mol/L，称取0.635g I2和2gKI，加少量水溶解，加水定容至100mL棕色容量瓶。

A.5.8 硫代硫酸钠溶液：C(Na2S2O3·5H2O)=0.05mol/L，称取3.125g Na2S2O3·5H2O溶于煮沸冷却后的水，加入0.1gNaOH，加水定容至250mL棕色容量瓶，用前重铬酸钾标定。

A.5.9 淀粉指示剂：称取1g 淀粉，加5mL水成糊状，搅拌下加至90mL沸水中，煮沸1-2min，冷却，加水稀释至100mL，现用现配。

对硫代硫酸钠溶液和甲醛储备液的浓度进行标定。

注：乙酰丙酮及乙酸铵的纯度对试剂空白液吸光度影响较大。乙酰丙酮需经减压蒸馏，配置成溶液后冷藏保存。

**A.6 仪器设备**

A.6.1大型气泡吸收管：25mL。

A.6.2具塞比色管：25mL，具10mL、25mL刻度，经校正。

A.6.3 气体检测仪专用采样泵：流量范围为0.2~1.0L/min。

A.6.4 紫外可见分光光度计：附1cm吸收池。

A.6.5 压片机。

A.6.6 筛网：40-60目。

**A.7 试验步骤**

A.7.1 标准曲线的绘制

各比色管混匀后，沸水浴3-5min，再恒温至25℃。用1cm比色皿，于波长413nm处，以水为参比，测定吸光度。以吸光度对甲醛含量（μg），绘制标准曲线，用最小二乘法计算标准曲线的回归方程式。

取8支10毫升比色管，按下表配制标准色列；

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 管号 | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 水（mL） | 5.00 | 4.90 | 4.80 | 4.60 | 4.40 | 4.00 | 3.00 | 2.00 |
| 乙酰丙酮溶液（mL） | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 |
| 甲醛标准溶液（mL） | 0 | 0.10 | 0.20 | 0.40 | 0.60 | 1.00 | 2.00 | 3.00 |
| 甲醛含量（μg） | 0 | 0.5 | 1.0 | 2.0 | 3.0 | 5.0 | 10.0 | 15.0 |

A.7.2 催化反应操作与控制

1. 称取50.0g铂二氧化钛粉末催化剂经过压片机在10.0MPa压力成型后，再破碎筛分40-60目颗粒，称取20.0g上述颗粒，放入内径15 mm的石英玻璃反应管中，两端填充少量石棉纤维并用200目金属丝网固定；
2. 在体积为3m3的试验舱对角位置预先放入两台小型循环风扇，风量为1.8m3/h，底部中心位置放置一台鼓风机，风量为25.2m3/h；试验舱的结构、设施制作和配制要求按照GB/T 18801-2015中附录A的规定。
3. 将装有催化剂的石英玻璃反应管进口端连接在鼓风机末端，封闭试验舱后，开启循环风扇，开启恒温装置维持舱内温度25±1℃，用微量进样针从取样口向舱内注入10.0μL甲醛溶液（36%）；
4. 稳定30min后开始采集样品，采样系统由引气管、气体检测仪专用采样泵和内装10mL水及2.5mL乙酰丙酮溶液的气泡吸收管串联组成，并通过引气管与试验舱构成一个气体回路，以气体检测仪专用采样泵设定的流量（500mL/min），采气5-20L。
5. 采样结束后，开启鼓风机开始催化反应，计时2h后关闭鼓风机，再采集一次样品；
6. 将气泡吸收管中的溶液转入具塞比色管中，加水定容至25mL，沸水浴3-5min使显色完全，再恒温至25℃，用紫外分光光度仪检测样品的吸光度。

A.7.3 吸光度的测定

样品的吸光度按照“GB/T 15516-1995 空气质量 甲醛的测定 乙酰丙酮分光光度法”中的要求测定。

A.7.4 甲醛浓度的计算

甲醛浓度由下式计算，数值取小数点后三位：



 式中：

C*HCHO*——甲醛浓度，单位为mg/m3；

A——样品溶液吸光度；

A0——试剂空白液吸光度；

b——回归方程式的斜率；

a——回归方程式的截距；

Vr——换算为参比状态下的采样体积，单位为L。

**A.8 催化剂性能表述**

本方法以甲醛去除率来表述催化剂性能，数值以%计，取小数点后一位。

甲醛去除率（w）由下式计算：



注：C1为甲醛的初始浓度；

C2为运行2h后石英玻璃反应管出口端的甲醛浓度。

**A.9 允许差**

两次平行测定结果之差应不大于2.0%。

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限2.0%，超过重复性限(r)的情况应不超过5.0%。

实验室之间分析结果的差值应不大于相对允许差6.0%。