

ICS 77.150.99  
CCS H68

YS

# 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX—202X

## 铂/氧化铝

Platinum/Alumina

(预审稿)

××××-××-××发布

××××-××-××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。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）归口。

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。

本文件起草单位：贵研铂业股份有限公司、贵研工业催化剂（云南）有限公司、贵研检测科技（云南）有限公司、西安凯立新材料股份有限公司、陕西瑞科新材料股份有限公司、浙江微通催化新材料有限公司、广东省分析测试中心、有色金属技术经济研究院有限责任公司。

本文件主要起草人：钱颖、唐春、戴云生、吴美 岩、谢继阳、沈亚峰、潘再富、周伟、王红琴、安霓虹、张峰等。

# 铂/氧化铝

## 1 范围

本标准规定了铂/氧化铝催化剂的标记、技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存及随行文件和订货单内容。

本文件适用于丙烷、异丁烷单独脱氢或丙烷-异丁烷混合脱氢过程；石油催化重整过程；环己烷选择性脱氢制苯及苯合成环己醇、环己酮、己内酰胺、己二酸等化工行业用的铂/氧化铝催化剂。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所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 3884.12 铜精矿化学分析方法 第12部分：氟和氯含量的测定 离子色谱法

GB/T 5816-1995 催化剂和吸附剂表面积测定法

GB/T 6609.2-2009 氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法 第2部分：300℃和1000℃质量损失的测定

GB/T 6678-2003 化工产品采样总则

GB/T 23524-2019 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

GB/T 31057.1-2014 颗粒材料物理性能测试 第1部分 松装密度的测量

HG/T 3927-2007 工业活性氧化铝

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1 铂氧化铝

Platinum/Alumina

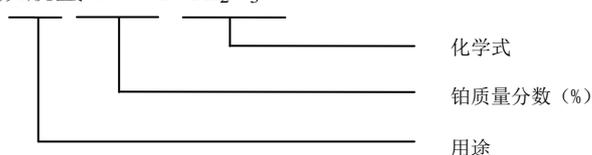
金属铂均匀分布在氧化铝表面上的催化剂。

## 4 标记

产品的标记由产品用途加铂质量分数（%）加铂元素符号加氧化铝化学式构成，产品牌号的表示为：

Pt 质量分数（%）为 0.3%，用于丙烷脱氢反应的铂/氧化铝。

丙烷脱氢-0.3%-Pt/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



## 5 技术要求

### 5.1 铂含量

产品（干基）的化学成分应符合表1的规定。

表1 化学成分

牌号	Pt质量分数, 不小于 %
0.3%-Pt/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.27
0.5%-Pt/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.45
1%-Pt/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.95
注: 经双方协商, 可供应其他规格的产品。	

## 5.2 催化性能

产品的催化性能应由供需双方协商确定。

## 5.3 含水率

产品应提供水分的实测含量。

## 5.4 比表面积

产品应提供比表面积的实测值。(比表面积参考范围为 80~400 m<sup>2</sup>/g)。

## 5.5 抗压强度

产品的抗压强度应不小于 20N/颗粒。

## 5.6 磨损率

产品的磨损率应小于 0.3%。

## 5.7 堆积密度

产品的堆积密度应符合表 2 的规定。

表2 堆积密度要求表

催化剂种类	相对合同基准值偏差
烷烃脱氢类反应铂/氧化铝催化剂	±0.02 g/mL
石油催化重整铂/氧化铝催化剂	±0.02 g/mL
苯中噻吩脱除铂/氧化铝催化剂	±0.05 g/mL

## 5.8 颗粒尺寸

产品的颗粒尺寸为基准值占比大于 90%。

## 5.9 氯含量

产品应提供氯含量的实测值, 并应满足客户要求。

## 6 试验方法

## 6.1 产品的铂含量

按 GB/T 6609.2-2009 对 50~100g 产品进行水分平衡, 测试含水率并用于铂含量计算, 按照 GB/T 23524-2019 6 分析步骤的规定进行测试。

## 6.2 催化性能

产品的催化性能要求应由供需双方进行协商确认, 烷烃脱氢类反应和石油催化重整类反应测试方法按附录 A 的规定进行, 苯中噻吩脱除类反应测试方法按附录 B 的规定进行。

## 6.3 产品的含水率

按照 GB/T 6609.2-2009 执行

## 6.4 产品的比表面积

按 GB/T 5816-1995 催化剂和吸附剂表面积测定法的规定进行测试。

## 6.5 产品的抗压强度

按 HG/T 3927-2007 工业活性氧化铝 5.12 节的规定进行测定。

#### 6.6 产品的磨耗率

按 HG/T 3927-2007 工业活性氧化铝中 5.11 节的方法进行测定。催化剂测试前应空气中水分平衡，测试前后均应 190℃测定样品中水分，并将数据带入计算。

#### 6.7 堆积密度

按 HG/T 3927-2007 工业活性氧化铝中 5.6 节的方法或 GB/T 31057.1-2014 颗粒材料物理性能测试 第 1 部分 松装密度的测量的方法执行

#### 6.8 产品的颗粒尺寸

使用游标卡尺直接测量颗粒的外径，精确到 0.1 mm。

#### 6.9 氯含量

产品经粉碎至 75 μm 以下，300℃±5℃烘干至恒重，放置于干燥器中备用，准确称取适量制样，加水 20 mL，70℃超声 30 min 后按照 GB/T 3884.12 的规定进行测定。

### 7 检验规则

#### 7.1 检查和验收

7.1.1 产品应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。

7.1.2 需方应对收到的产品按本文件的规定进行检验，如检验结果与本标准（或订货合同）的规定不符时，应在收到产品之日起三个月内书面向供方提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，应由供需双方协商确定。

#### 7.2 组批

产品应成批提交验收，每批应由同一催化剂牌号、规格、状态的产品组成，每批重量不限。

#### 7.3 检验项目

每批产品出厂前应进行铂含量、催化性能、含水率、堆积密度和颗粒尺寸的检验，比表面积、抗压强度、磨损率和氯含量在需方有需要，并在订货单中注明时进行检验。

#### 7.4 取样

将同一批产品混合均匀，从不同部位取产品总量的 1%~5%，但不少于 50g，再用四分法缩分至检验所需数量。按照 GB/T 6678-2003 执行。

#### 7.5 检验结果的判定

7.5.1 产品检验项目铂含量、催化性能中有一项检验结果不合格时，则判该批产品不合格。

7.5.2 产品检验项目含水量、抗压强度、磨损率、堆积密度、颗粒尺寸、氯含量不作为强制判定项目，只是提供实测值供客户参照使用。

### 8 标志、包装、运输、贮存及随行文件

#### 8.1 标志

在已检验合格的产品上应附上如下标记：

- a) 供方名称；
- b) 产品名称；
- c) 生产批号；
- d) 产品牌号；
- e) 物理性状；
- f) 包装规格；
- g) 数量；
- h) 生产日期

#### 8.2 包装、运输和贮存

##### 8.2.1 包装

催化剂的吸水性很强，须用清洁的塑料袋包装，装在密封的桶内，应尽量保存在干燥地方，禁止与酸、碱化学试剂等物质接触。

### 8.2.2 运输

催化剂搬运过程中，应小心轻放，不要滚动，以免催化剂破碎。催化剂在运输过程中应防止猛烈撞击，严禁雨淋和曝晒，不能接触有腐蚀性和有污染的物质。

### 8.2.3 贮存

催化剂应贮存在阴凉、干燥、避雨的场所内，防止雨淋、潮湿。催化剂桶只能在装填或取样时才能打开。

### 8.3 随行文件

每批产品应有随行文件，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：

- a) 产品合格证，内容如下：
  - 检验项目及其结果或检验结论；
  - 批号；
  - 检验日期；
  - 检验员签名或盖章。
- b) 产品质量控制过程中的检验报告及成品检验报告；
- c) 其他。

## 9 订货单内容

订购本标准所列材料的订货单(或合同)内应包括下列内容：

- a) 产品名称；
- b) 牌号；
- c) 数量；
- d) 检验项目及要求；
- e) 协商一致的催化性能检测方法及其结果判定；
- f) 本文件编号；
- g) 其他。

## 附录 A

(规范性附录)

## 烷烃脱氢用铂/氧化铝催化性能试验方法

警示：本试验所涉及的试验原料对人体健康和具有中毒、易燃、易爆危害，必须严防系统漏气，现场严禁有明火，并且应配有必要的灭火器材和排风设备等预防设施；操作人员需持证上岗；本附录并未揭示所有可能的安全问题，使用者应严格按照有关规定正确使用，并有责任采取适当的安全和健康措施。

## A.1 方法提要

在石英管反应器中，丙烷、异丁烷或丙烷-异丁烷混合物和氢气在一定温度、压力、体积流速下从上往下流过脱氢催化剂床层，发生烷烃脱氢反应，用气相色谱仪离线或在线取样测定反应产物中甲烷、乙烷、乙烯、丙烷、丙烯及碳四以上组分，采用面积归一化法，得到各组分含量，计算烷烃转化率和烯烃选择性，以表征催化剂性能。本方法适用于于丙烷、异丁烷、环己烷脱氢用铂/氧化铝催化剂的催化性能测试。

## A.2 反应原料

除非另有说明，本标准中使用确认为分析纯的试剂和相当于一级纯度的水。

A.2.1 丙烷，纯度不小于99.95%。

A.2.2 异丁烷，纯度不小于99.95%

A.2.3 氢气，纯度不小于99.95%。

## A.3 试验装置

## A.3.1 装置

催化性能试验装置示意图见图 A.1：

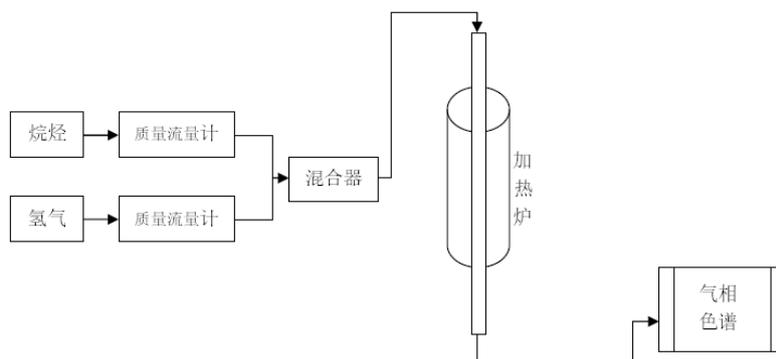


图 A.1 催化性能试验装置示意图

## A.3.2 主要指标

催化性能试验装置设计指标参数见表 A.1。

表 A.1 催化性能装置主要设计参数

序号	项目	参数
1	加热炉恒温区长度 /mm	≤120

2	加热炉恒温区温度偏差 /°C	±0.5
3	加热炉设计温度 /°C	≤700
4	反应器内径 /mm	8
5	反应压力 /MPa	常压
6	反应温度/°C	600
7	氢气/烷烃体积比	1
8	平行性（极差值）/%	≤3
9	复现性（极差值）/%	≤3

### A.3.3 气相色谱仪

在仪器最佳工作条件下凡是能达到下列指标者均可使用：

——检测器：火焰离子化检测器（FID）

——仪器稳定性：仪器 1h 内漂移不大于 2.0%；

### A.3.4 校验

正常情况下，试验装置的平行性、复现性每个月用参考样或保留样至少测定一次，其测定方法按 A.6 部分的规定执行。

## A.4 样品

### A.4.1 取样

将同一批产品混合均匀，用四分法分取适量，最少不少于 10g，密封保存。按照 GB/T 6609.2-2009 的规定进行含水率测定，数据用于试料的准确称取。

### A.4.2 试料

准确称取催化剂干基 1.5g，精确到 0.01g。

## A.5 试验步骤

### A.5.1 反应管装料

将催化剂（A.4.2）填充入反应管，保证催化剂位于加热炉的恒温区。在装填催化剂之前，在反应管中填充 3mm 高的石英棉，用于支撑催化剂。

### A.5.2 催化剂还原

评价之前，按下列条件还原催化剂。

将氢气质量流量计设定为 30mL/min，加热炉升温程序：100min 由 30°C 升到 500°C 并停留 15min，然后经过 20min 升到 600°C，稳定 10min 后通丙烷(A2.1，也可以为其他烷烃)和氢气（A.2.3）进行反应。

### A.5.3 催化性能评价

催化剂还原之后，通入丙烷(A2.1，也可以为其他烷烃)和氢气（A.2.3、流量分别为 40mL/min）进行反应，反应 30min 后开始取样进行色谱分析（以后每小时取样一次），可以离线取样或在线取样。如果是离线取样，采用气袋取样后通过色谱六通阀手动进样分析。如果在线取样，则按照设定取样间隔自动取样分析。催化剂连续评价时间不少于 20h。

### A.5.4 停车

关闭加热炉电源和反应器进料停止反应，分析结束后关闭色谱。

### A.5.5 产物组成测定

#### A.5.5.1 气相色谱仪操作条件

色谱柱：Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 毛细柱，50m×0.53mm×0.20μm。

定量环体积：1mL。

载气（氮气）流量：5mL/min。

氢气流量：40mL/min。

空气流量：400mL/min。

分流进样，分流比 70

色谱柱条件：初始柱温 50℃，终温 150℃，升温速率 5℃/min

进样器温度：180℃

检测器温度：280℃

注：满足分析要求的其他色谱分析条件也可选用。

#### A.5.5.2 样品测定

以采集的产物为被测样品，用气相色谱仪进行测定，以保留时间定性，面积归一化法定量。

#### A.6 试验数据处理

烷烃转化率和烯烃选择性计算公式如 A.1 和 A.2。

$$E = (1 - \omega_{\text{烷}}) \times 100 \quad \dots\dots\dots(A.1)$$

$$S = \frac{\omega_{\text{烯}}}{E} \times 100 \quad \dots\dots\dots(A.2)$$

$E$ ——烷烃转化率，单位为%；

$\omega_{\text{烷}}$ ——烷烃含量百分比，单位为%；

$\omega_{\text{烯}}$ ——烯烃含量百分比，单位为%；

$S$ ——烯烃选择性，单位为%。

所得结果应表示至小数点后第二位。

取2次平行测定结果的算术平均值作为测定结果，2次测定结果的极差值应不大于3%。

## 附录 B

### (规范性附录)

#### 苯中噻吩脱除催化剂催化性能试验方法

警示：本试验所涉及的试验原料对人体健康和安全具有中毒、易燃、易爆危害，必须严防系统漏气，现场严禁有明火，并且应配有必要的灭火器材和排风设备等预防设施；高压釜严禁带压进行拆卸操作；操作人员需持证上岗；本附录并未揭示所有可能的安全问题，使用者应严格按照有关规定正确使用，并有责任采取适当的安全和健康措施。

##### B.1 方法提要

在不锈钢反应管中，含噻吩苯在一定温度、压力、体积流速下从上往下流过苯中噻吩脱除催化剂，发生噻吩催化脱除反应，定时取样，用气相色谱仪测定反应液中噻吩浓度，根据噻吩检出时间，计算催化剂的噻吩穿透硫容，以表征催化性能。本方法适用于己内酰胺、己二酸、环己醇、环己酮等行业用的铂氧化铝催化剂。

##### B.2 试剂

除非另有说明，仅使用确认为分析纯的试剂和一级水。

B.2.1 无硫苯（总硫低于  $5 \times 10^{-8}$  g/mL，噻吩无检出）。

B.2.2 噻吩。

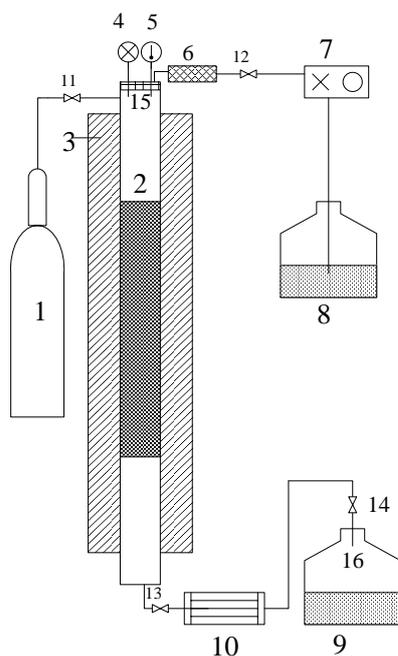
B.2.3 氮气，纯度99.999%。

B.2.4 噻吩标准贮存溶液：室温下准确量取10mL噻吩，移入1000mL容量瓶，用无硫苯（B.2.1）定容，此溶液1mL含10.62mg噻吩；然后取此溶液10mL，加入1000mL容量瓶，用无硫苯（B.2.1）定容，得到噻吩标准贮存溶液，该溶液1mL含0.1062 mg噻吩。

##### B.3 试验装置

###### B.3.1 装置

催化性能试验装置示意图见图 B.1:



说明:

1-气瓶, 2-反应管(中间黑色为催化剂段), 3-加热套, 4-压力表, 5-测温探头, 6-预热器, 7-恒流泵, 8-原料罐, 9-回收罐, 10-冷凝器, 11、12、13、14-阀门, 15-雾化器, 16-取样口。

图 B.1 催化性能试验装置示意图

### B.3.2 主要指标

催化性能试验装置设计指标参数见表 B.1。

表 B.1 催化性能装置主要设计参数

项目	参数
反应管规格(316)/长度(cm)	60
反应管规格(316)/直径(cm)	2.2
最高使用压力/MPa	3
最高使用温度/°C	300
反应段温度稳定性/°C	±3
反应段压力稳定性/MPa	±0.05
平行性(极差值)/%	≤3
复现性(极差值)/%	≤3

### B.3.3 气相色谱仪

在仪器最佳工作条件下凡是能达到下列指标者均可使用:

——检测器: 高选择性硫磷火焰光度检测器(FPD)或硫化学发光检测器(SCD);

——仪器稳定性: 仪器 1h 内漂移不大于 2.0%;

——仪器检出限: 对噻吩的仪器检出限应不大于  $1 \times 10^{-8}$  g/mL。

### B.3.4 校验

正常情况下, 试验装置的平行性、复现性每年用参考样或保留样至少测定一次, 其测定方法按 B.5 部分和 B.6 部分的规定执行。

## B.4 样品

### B.4.1 取样

将同一批产品混合均匀，用四分法分取适量，最少不少于 200g，氮气吹扫，密封保存。按照 GB/T 6609.2-2009 的规定进行水分测定，数据用于试料的准确称取。

### B.4.2 试料

用量筒量取 100mL 试样（B.4.1），准确称取并计算其重量（干基），精确到 0.01g。

## B.5 试验步骤

### B.5.1 反应管装料

将试料（B.4.2）填充入反应管，使其位于反应管中段，用橡皮棒敲击使催化剂填充紧密。接入系统。

### B.5.2 反应器试漏

打开阀门 11，向系统通入氮气，将系统升压至 1.5MPa，关紧反应管进出口阀门 11，12，13。如在 30min 内压力下降小于 0.05MPa，则视为系统密封。打开系统出口阀 13，使系统降压至常压。

### B.5.3 反应原料

用无硫苯（B.2.1）和噻吩标准贮存溶液（B.2.4）配置噻吩苯，反应原料噻吩苯 1000mL 含 0.531mg 噻吩。

### B.5.4 反应釜气体置换及催化性能评价

系统用氮气置换 3 次，排气降压至常压后，关闭进出阀 11，12，13，加热到 150℃，打开进苯阀 12，用恒流泵将经预热的反应原料（B.6.3）以 4mL/min 的速度打入雾化器，均匀洒到催化剂上，至管内压力升高到 1MPa，打开出料阀 13，14，调节出料速度，保持进出物料平衡，开始计时，保持反应温度为 150℃，反应压力 1MPa。每 2 小时在反应管取样口 16 取样，并记录 2 小时流出质量，样品用气相色谱测试，至连续 3 次检测噻吩浓度高于  $(2 \times 10^{-8})$  g/mL 为止，记录反应时间。

（反应时间和催化性能相关，必须记录）

### B.5.5 停车

关闭加热和氮气减压阀，将反应管中残留液体放出。用乙醇清洗反应管。

### B.5.6 产物组成测定

#### B.5.6.1 气相色谱仪操作条件

色谱柱：RTX-WAX 30×0.25×0.25。

总流量：7.8mL。

色谱柱流量：0.8mL/min。

氢气流量：40.0mL/min。

空气流量：65.0mL/min。

柱温：55℃。

进样器温度：230℃。

检测器温度：230℃。

进样量：1μL，分流进样。

注：满足分析要求的其他色谱分析条件也可选用。

#### B.5.6.2 工作曲线的绘制

取此噻吩标准贮存溶液（B.3.4）10mL，加入 1000mL 容量瓶，用无硫苯（B.3.1）定容，得到  $1 \times 10^{-6}$  g/mL 噻吩苯溶液，然后分别移取 0、0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0mL 该溶液于一系列 100mL 容量瓶中，用无硫苯（B.2.1）稀释至刻度，混匀。在选定好的气相色谱仪器条件下制作工作曲线。相关系数应  $\geq 0.9995$ ，仪器检出限  $5 \times 10^{-9}$  g/mL。

#### B.5.6.3 样品测定

以 B.5.4 所收集的产物为被测样品，用气相色谱仪进行测定，以保留时间定性，根据标准化工作曲线，以苯为内标，测定噻吩含量。

## B.6 试验数据处理

以噻吩穿透硫容表述催化剂性能。按公式 B.1 计算

$$S = \frac{m \cdot M}{M_0 \cdot \rho} \dots\dots\dots(B.1)$$

式中：

$S$ ——噻吩穿透硫容，单位为吸附噻吩质量（g）每千克催化剂（kg）（g/kg），；

$m$ ——反应原料噻吩浓度， $5.31 \times 10^{-7}$  g/mL，单位为克每毫升(g/mL)；

$M$ ——全部流过催化剂的反应原料质量，单位为千克 (kg)；

$M_0$ ——催化剂质量，单位为克 (g)；

$\rho$ ——苯的密度，0.881 g/mL，单位为克每毫升(g/mL)；

所得结果应表示至小数点后第二位。

取 2 次平行测定结果的算术平均值作为测定结果，2 次测定结果的极差值应不大于 3%。