

ПОДБОР ОПТИМАЛЬНЫХ УСЛОВИЙ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ПЛАТИНЫ В АЛЮМОПЛАТИНОВЫХ ПОЛИМЕТАЛЛИЧЕСКИХ КАТАЛИЗАТОРАХ

Бутенко Е.В., Посохова О.М., Паращина И.В., Гизетдинова А.Ф.

*ОАО «Ангарский завод катализаторов и органического синтеза»
665800, Иркутская область, г. Ангарск.*

Методика определения массовой доли платины в полиметаллических катализаторах, основанная на образовании комплексного соединения платины с хлористым оловом, является преобладающей при определении массовой доли платины методом «мокрой химии» и заложена в различные стандарты как зарубежные, так и отечественные (методика UOP 896, методика ASTM D 4642, ОСТ 153.39.2-013-2002, СТО 04610600-001-2007).

Основной целью данной работы явилось уточнение условий определения массовой доли платины, позволяющих снизить ошибку определения до 0,005%.

Необходимость проведения работы вызвана существенным вкладом ошибки метода, заложенной в СТО 04610600-001-2007 (0,01%) на общую величину потерь платины. Снижение массовой доли платины на 0,01% по отношению к заложенному на пропитку количеству автоматически приводит к увеличению потерь до 100 г/тонну.

В ходе выполнения работы было проверено влияние следующих факторов на точность определения массовой доли платины: 1) предварительной прокалки пробы порошка катализатора при 850 °С; 2) диапазона калибровки прибора (3, 6, 9, 12, 15 мкг/см³); 3) соотношения «платина:рений» в градуировочном растворе; 4) способа расчета концентрации платины в анализируемом растворе (по градуировочному графику или градуировочному коэффициенту).

Работа проводилась с использованием промышленных проб пропитанного, сушеного и прокаленного платинорениевого полиметаллического катализатора риформинга. Для проверки правильности выполнения анализа в лабораторных условиях был приготовлен контрольный образец катализатора с точно известным содержанием платины - 0,257% и рения - 0,39%.

Определение массовой доли платины проводилось следующими методами: 1) спектрофотометрическим методом по СТО 04610600-001-2007; 2) спектрофотометрическим методом по СТО 04610600-001-2007 с дополнением – замером оптической плотности анализируемого раствора в области 2,25±0,25, 6±1, 9±1, 12±1 мкг/см³; 3) спектрофотометрическим методом с дополнительным разбавлением пробы в мерной колбе объемом 50 см³ и последующим фотометрированием аликвотной части раствора объемом 5,0 см³ в области 6 мкг/см³; 4) фотоколориметрическим методом по методике 19К-2008 (аналог МВИ 0144912618.001-2007 и ОСТ 153-39.2-013-2002 п.7);

Для полученных данных была проведена статистическая обработка согласно требований ГОСТ Р 5725-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений», РМГ 76-2004 «Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа», РМГ-61-2010 «Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. Методы оценки».

По результатам статистической обработки результатов измерения массовой доли платины, выявлено, что наименьшие минимальные расхождения между параллельными определениями получены при определении массовой доли платины в области 3,0±0,5 мкг/см³.

Массовая доля платины в пробах алюмоплатинового полиметаллического катализатора, определенная по СТО 04610600-001-2007 (область определения 15 мкг/см^3) - 0,242% и предлагаемым методом по СТО 04610600-001-2007 с дополнением (область определения $2,25 \text{ мкг/см}^3$) многократным анализом одной и той же пробы - 0,248% различаются между собой на 0,006%.

Преимущества предлагаемой методики определения платины заключаются в следующем:

- определение массовой доли платины в области $2,25 \pm 0,25 \text{ мкг/см}^3$, где влияние содержания рения в градуировочном растворе на величину его оптической плотности минимально;

- измерение оптической плотности в области 0,450 - 0,480, которая, по литературным данным, является оптимальной для проведения спектрофотометрических определений с минимальной погрешностью;

- использование кювет с рабочей длиной 50 мм, что также позволяет снизить погрешность спектрофотометрических определений.

- возможность адаптации к действующему СТО 04610600-001-2007 с введением необходимых дополнений непосредственно в ТУ на платиносодержащие катализаторы, выпускаемые ОАО АЗК и ОС.