YS/T 832-20xx

代替YS/T 832-2012



ICS 77.120.99

H 15



中华人民共和国工业和信息化部 发布

XXXX-XX-XX实施

XXXX-XX-XX发布

丁辛醇废催化剂化学分析方法

铑含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Method for chemical analysis of spent oxo-Alcohols catalys—

Determination of rhodium—

Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

(送审稿)

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准代替YS/T 832—2012《丁辛醇废催化剂化学分析方法 铑量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》。本标准与YS/T 832—2012相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

——在标准中新增微波消解分解试料的方法；

——删除附录A。

本标准方法1为硫酸、过氧化氢和盐酸分解试料法，方法2为微波消解分解试料法，以方法2作为仲裁方法。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本标准起草单位：徐州浩通新材料科技股份有限公司、广东省工业分析检测中心、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、北矿检测技术有限公司、贵研铂业股份有限公司、浙江微通催化新材料有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、贵研资源（易门）有限公司。

本部分主要起草人：奚红杰、夏军、巩伟龙、向磊、陈小兰、李娜、金娅秋、汤淑芳、肖红新、吴佐明、邱丽、古行乾、王云杰、李秋莹、杨晓滔、王冠群、罗荣根、宋义运、孙海峰。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——YS/T 832-2012。

丁辛醇废催化剂化学分析方法

铑含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本标准规定了丁辛醇废催化剂中铑含量的测定方法。

本标准适用于丁辛醇废催化剂中铑含量的测定。测定范围：0.010%～2.000%。

2 方法1 硫酸、过氧化氢和盐酸分解试料法

2.1 方法提要

用硫酸、过氧化氢和盐酸分解试料，用电感耦合等离子体原子发射光谱仪在选定的最佳工作条件下测定铑的含量。

2.2 试剂和材料

除非另有说明，在分析中使用确认为分析纯或更高纯度的试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

2.2.1 硫酸（ρ=1.84 g/mL）。

2.2.2 硝酸（ρ=1.42 g/mL）。

2.2.3 盐酸（ρ=1.19 g/mL）。

2.2.4 过氧化氢（ρ=1.11 g/mL）。

2.2.5 硫酸（1+1）。

2.2.6 盐酸（1+1）。

2.2.7 铑标准贮存溶液：称取0.1000 g铑粉（*w*Rh≥99.99%），置于50 mL玻璃管中，加入8 mL盐酸（2.2.3），2 mL过氧化氢（2.2.4），封管。在150℃下溶解48 h，冷却、开管。将管内试液用10 mL盐酸（2.2.3）洗入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1000 µg铑。

2.2.8 铑标准溶液：移取10 mL铑标准贮存溶液（2.2.7）于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度。此溶液1 mL含100 µg铑。

2.2.9 氩气（质量分数≥99.99%）。

2.3 仪器

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。在仪器最佳工作条件下，凡是能达到下列指标者均可使用。

——光源：氩气等离子体光源，发生器最大输出功率不小于1.30 kW。

——分辨率：200 nm时光学分辨率不大于0.010 nm；400 nm时光学分辨率不大于0.020 nm。

——仪器稳定性：在仪器的最佳工作条件下，用1 μg/mL的铜标准溶液测量11次，其光强度的相对标准偏差不超过2.5%。

2.4 试样

将装有试样的试样瓶置于80℃保温箱中密封保温30 min，取出充分摇匀，密封保存于干燥器中备用。

2.5 分析步骤

2.5.1 试料

趁热取出约2 g试样，冷却至室温后，称取其质量，精确至0.0001 g。

2.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

2.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

2.5.4 测定

2.5.4.1 将试料（2.5.1）置于250 mL烧杯中，加入10 mL硫酸（2.2.1），盖上表面皿，于电炉或电热板上加热使试料完全炭化。

2.5.4.2 取下冷却至室温，逐滴加入5 mL过氧化氢（2.2.4），将溶液加热至近沸，保持此状态，每隔5 min加入1 mL过氧化氢（2.2.4），至烧杯中的溶液呈清亮状态为止。

2.5.4.3 低温加热至烧杯内溶液近干，加入5 mL盐酸（2.2.3）溶解底部结晶并加热至微沸。

2.5.4.4 取下冷却至室温，转移至100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。

2.5.4.5 分取适当体积的试料溶液（2.5.4.4）和空白试液（2.5.3）转移至100 mL容量瓶内，分别加入5 mL盐酸（2.2.3），以水稀释至刻度，摇匀待测。

2.5.4.6 在电感耦合等离子体原子发射光谱仪最佳工作条件下，测定分取试料溶液中（2.5.4.5）铑元素的发射强度，减去分取空白溶液（2.5.4.5）的强度，在工作曲线上查出铑元素相应的质量浓度。铑的分析线推荐为343.489 nm。

2.5.5 工作曲线的绘制

2.5.5.1 分别移取0 mL、0.2 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL铑标准溶液（2.2.8）于一组100 mL容量瓶中，分别加入5.0 mL盐酸（2.2.3），以水稀释至刻度，摇匀。

2.5.5.2 在最佳仪器工作条件下进行测定，推荐铑的分析谱线343.489 nm，测定铑元素的发射强度，减去系列溶液中“零”浓度溶液的强度，以铑元素的质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，绘制工作曲线。工作曲线方程的相关系数不小于0.9995。

2.6 试验数据处理

铑的含量以铑的质量分数*w*Rh计，按公式（1）计算：

 ……………………（1）

式中：

——测得试料溶液中铑的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；



0——测得空白试液中铑的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；



——试料溶液总体积，单位为毫升（mL）；

——移取试液体积，单位为毫升（mL）；

——移取试液后定容体积，单位为毫升（mL）；



——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后三位。

2.7 精密度

2.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（r）,超过重复性限（r）的情况下应不超过5%。重复性限（r）按表1数据采用线性内插法或外延法求得。

表1 重复性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Rh/ % | 0.0350 | 0.100 | 0.800 | 2.000 |
| *r*/% | 0.003 | 0.006 | 0.010 | 0.025 |

2.7.2 再现性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况下应不超过5%。再现性限（*R*）按表2数据采用线性内插法或外延法求得。

表2 再现性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Rh/ % | 0.0350 | 0.100 | 0.800 | 2.000 |
| *R*/% | 0.005 | 0.009 | 0.013 | 0.028 |

2.8试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试样；

——使用的标准；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。

3 方法2 微波消解分解试料法

3.1方法提要

在硝酸介质中，试料用微波消解，用电感耦合等离子体原子发射光谱仪在选定的最佳工作条件下测定铑的含量。

3.2 试剂和材料

除非另有说明，在分析中使用确认为分析纯或更高纯度的试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

3.2.1 硝酸（ρ=1.42 g/mL）。

3.2.2 盐酸（ρ=1.19 g/mL）。

3.2.3 过氧化氢（ρ=1.11 g/mL）。

3.2.4 铑标准贮存溶液：称取0.1000 g铑粉（*w*Rh≥99.99%），置于50 mL玻璃管中，加入8 mL盐酸（3.2.2），2 mL过氧化氢（3.2.3），封管。在150℃下溶解48 h，冷却、开管。将管内试液用10 mL盐酸（3.2.2）洗入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL含1000 µg铑。

3.2.5 铑标准溶液：移取10.00 mL铑标准贮存溶液（3.2.4）于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度。此溶液1 mL含100 µg铑。

3.2.6 氩气（质量分数≥99.99%）。

3.3 仪器

3.3.1 微波消解仪：聚四氟乙烯消解罐，100 mL，0～15 MPa，0～300℃。

3.3.2 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

在仪器最佳工作条件下，凡是能达到下列指标者均可使用。

——光源：氩气等离子体光源，发生器最大输出功率不小于1.30 kW。

——分辨率：200 nm时光学分辨率不大于0.010 nm；400 nm时光学分辨率不大于0.020 nm。

——仪器稳定性：在仪器的最佳工作条件下，用1 μg/mL的铜标准溶液测量11次，其光强度的相对标准偏差不超过2.5%。

3.4 试样

将装有试样的试样瓶置于80℃保温箱中密封保温30 min，取出充分摇匀，密封保存于干燥器中备用。

3.5 分析步骤

3.5.1 试料

趁热取出约0.2 g试样滴至消解罐内，同时称取其质量，精确至0.0001 g。

3.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

3.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

3.5.4 测定

3.5.4.1 将称取试料的消解罐（3.5.1）置于电热板上低温加热直至溶液近干。

3.5.4.2 待冷却至室温后，加入10mL硝酸（3.2.1），密封放入微波消解仪中，按照表3消解程序进行消解，待消解结束，罐内温度低于90℃后，取出消解罐。

3.5.4.3 缓慢打开放气阀，待黄色烟雾散尽，用少量水将放气阀、上密封盖与消解罐内壁液滴冲洗至消解罐底部。

3.5.4.4 将消解罐置于电炉或电热板上低温加热30 min，驱除氮的氧化物，冷却至室温，转移至100 mL容量瓶，以水稀释到刻度，摇匀。

3.5.4.5 在电感耦合等离子体原子发射光谱仪最佳工作条件下，测定试料溶液中（3.5.4.4）铑元素的发射强度，减去试料空白溶液（3.5.3）的强度，在工作曲线上查出铑元素相应的质量浓度。铑的分析线推荐为343.489 nm。

表3 消解程序

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 温度/℃ | 时间/min | 功率/% |
| 室温～120 | 10 | 80 |
| 120 | 15 | 80 |
| 120～180 | 10 | 80 |
| 180 | 15 | 80 |

3.5.5 工作曲线的绘制

3.5.5.1 分别移取0 mL、0.2 mL、1.0 mL、5.0 mL、10.0 mL、20.0 mL、40.0 mL铑标准溶液（3.2.5）于一组100 mL容量瓶中，分别加入2.0 mL硝酸（3.2.1），以水稀释至刻度，摇匀。

3.5.5.2 在最佳仪器工作条件下进行测定，推荐铑的分析谱线343.489 nm，测定铑元素的发射强度，减去系列溶液中“零”浓度溶液的强度，以铑元素的质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，绘制工作曲线。工作曲线方程的相关系数不小于0.9995。

3.6 试验数据处理

铑的含量以铑的质量分数*w*Rh计，按公式（2）计算：

……………………（2）



式中：

——测得试料溶液中铑的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；



0——测得空白试液中铑的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；



——试料溶液总体积，单位为毫升（mL）；



——试料的质量，单位为克（g）。



计算结果表示到小数点后三位。

3.7 精密度

3.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（r）,超过重复性限（r）的情况下应不超过5%。重复性限（r）按表4数据采用线性内插法或外延法求得。

表4 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Rh/% | 0.023 | 0.050 | 0.150 | 0.780 | 1.500 |
| r/% | 0.0015 | 0.0042 | 0.0081 | 0.0239 | 0.0294 |

3.7.2 再现性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况下应不超过5%。再现性限（*R*）按表5数据采用线性内插法或外延法求得。

表5 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Rh/% | 0.023 | 0.050 | 0.150 | 0.780 | 1.500 |
| *R*/% | 0.0016 | 0.0052 | 0.0091 | 0.0248 | 0.0307 |

3.8 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试样；

——使用的标准；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。