

双氧水用废催化剂化学分析方法
钯含量的测定
分光光度法电感耦合等离子体原子发射光谱法
(征求意见稿)
编制说明

贵研资源（易门）有限公司

2023 年 4 月

一、工作简况

（一）任务来源

2019年，贵研资源（易门）有限公司提出修订本标准行业标准的建议书。于2022年6月由工业和信息化部下达该标准的修订任务，计划批准文件名称：《双氧水用废催化剂化学分析方法 钨含量的测定 分光光度法电感耦合等离子体原子发射光谱法》，计划文工信厅科函〔2022〕158号，计划号：2022-0842T-YS。标准起草单位为：贵研资源（易门）有限公司、江西省君鑫贵金属科技材料有限公司、金川集团股份有限公司检测中心、北矿检测技术股份有限公司、沈阳有色金属研究院、徐州北矿金属循环利用研究院、国标（北京）检验认证有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、横峰县凯怡实业有限公司、中国石油大学（北京）。

（二）主要参加单位和工作成员及其所作的工作

2.1 主要参加单位情况

标准主编单位贵研资源（易门）有限公司在标准的编制过程中，能积极主动收集国内外的双氧水用废钨催化剂钨含量测定的分析标准，根据收集到的标准开展试验，编写现场试验过程报告模板，编制实测数据统计表，公司能够带领编制组成员单位认真细致修改标准文本，带领编制组完成标准的编制工作。

江西省君鑫贵金属科技材料有限公司、金川集团股份有限公司检测中心、北矿检测技术股份有限公司、沈阳有色金属研究院、徐州北矿金属循环利用研究院、国标（北京）检验认证有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、横峰县凯怡实业有限公司、中国石油大学（北京），积极参加标准调研工作，针对标准的讨论稿提出修改意见，主要负责标准中检测方法及测定内容编写把关。针对钨双氧水用废钨催化剂分析条件试验、加标回收、精密度进行可靠的数据分析确定，承担标准中的试验验证工作，为标准技术要求提供有力保障。

2.2 主要工作成员所负责的工作情况

本标准主要起草人及工作职责见表 1。

| 起草人 | 工作职责 |
|----------|-----------------------------|
| 马王蕊 | 负责标准的工作指导、标准的编写、试验方案确定及组织协调 |
| 韩继彪、赵雨等 | 负责资料调研 |
| 罗仙、罗雄、林波 | 分析测试 |
| 朱武勋 | 标准条款内容编写及把关 |

| | |
|--------------------|--------|
| 杨红玉、宋翔、郁丰善、 黄庆等 | 方法试验验证 |
| 李岩松、王芳、李梅等 | 方法验证 |

（三）主要工作过程

1 预研阶段

1.1 标准调研

贵研资源（易门）接到标准修订任务后，组织人员查阅和检索了国内外有关技术标准和资料，并征求了使用企业的意见，作为建立本技术标准的技术依据，也考虑了国内厂家生产实际和分析水平等情况，于2019年6月由公司相关技术人员组成了《双氧水用废催化剂化学分析方法 钼含量的测定 分光光度法电感耦合等离子体原子发射光谱法》标准起草小组，主要进行如下工作：

1) 确立《双氧水用废催化剂化学分析方法 钼含量的测定 分光光度法电感耦合等离子体原子发射光谱法》标准修订遵循的基本原则；

2) 收集资料、查阅相关标准。

1.2 标准工作会议

由全国有色金属标准化技术委员会组织召开标准工作会议，会议对贵研资源（易门）有限公司为主编单位提出制定双氧水用废催化剂化学分析方法 钼含量的测定 分光光度法电感耦合等离子体原子发射光谱法 行业标准计划进行认真讨论，并提出进一步修改讨论稿意见。

2 立项阶段

2019年10月，贵研资源（易门）有限公司向全国有色金属标准化技术委员会提交了《双氧水用废催化剂化学分析方法 钼含量的测定 分光光度法电感耦合等离子体原子发射光谱法》行业标准项目建议书，标准草案及立项报告等材料，全体委员会讨论论证同意该行业标准立项。

2021年10月，工业和信息化部下达了制定《氧水用废催化剂化学分析方法 钼含量的测定 分光光度法电感耦合等离子体原子发射光谱法》行业标准的任务，计划文工信厅科函〔2022〕158号，计划号：2022-0842T-YS，技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会。2022年9月，由中国有色金属技术部标准委员会主持在江苏省扬州市召开了任务落实会。

3 起草阶段

3.1 标准进度汇报及进度协调会

受疫情影响无法召开标准进度汇报及进度协调现场会议，标准主编单位采取电子邮件、电话、微信等方式，相关单位相继汇报标准的进展完成情况及需要协调问题，请各参加单位配合验证把关，及时修改讨论稿。

3.2 验证样品发放及数据反馈

2023年3月，标准主编单位向验证单位发放验证样品及讨论稿。根据验证单位返回的数据，于2023年5月形成了标准讨论稿 I 及编制说明。

4 征求意见阶段

4.1 标准征求意见会议

4.2 标准发函征求意见

征求意见稿意见汇总处理表

| 序号 | 标准章 条编号 | 意见内容 | 提出单位 | 处理意见 | 备注 |
|----|------------|------|------|------|----|
| 1. | | | | | |
| 2. | | | | | |
| 3. | | | | | |
| 4. | | | | | |
| 5. | | | | | |
| 6. | | | | | |
| 7. | | | | | |

| | | | | | |
|----|--|--|--|--|--|
| 8. | | | | | |
|----|--|--|--|--|--|

5 审查阶段

5.1 标准技术专家审查会议

| 序号 | 标准章 条编号 | 意见内容 | 处理意见 | 备注 |
|----|------------|------|------|----|
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |

5.2 委员审查会议

6 报批阶段

二、标准编制原则

编制本文件的目的是以能满足双氧水用废催化剂钨含量的准确、快速测定要求为基础，更好的服务于市场。编制本文件的原则是准确、操作简单。满足国内生产现状及技术进步，与同类国家标准保持协调，促进相关技术的进步。

本文件按照 GB/T 1.1—2020 和 GB/T 20001.4—2015 的规定开展本标准的编写工作。

本文件编写过程遵循的基本原则：

a)符合性原则：本文件严格按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构起草规则》和 GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分：实验方法标准》GB/T6379.2-2001《测量方法与结果的准确度》的规定开展本标准的编写工作。

b)适用性和先进性原则：结合贵金属用废催化剂回收行业生产实际需求，确定测定方法和测定范围，提高标准的适用性。通过充分调研，选取操作简单灵敏、敏度高、精密度和准确度高、行业普遍采用的方法，能很好的满足贵金属用废催化剂回收行业对双氧水用废催化剂回收钯的分析要求，提高了本标准的可操作性和可靠性。

c)一致性原则。制订行业标准贯彻国家的有关方针、政策、法律、法规，标准条款及内容应与现行相关法律法规、引用标准准则之规定保持一致，不与之抵触；其格式、语言形式等规范，不标新立异。

d)科学适用原则。行业标准的制修订过程中一切结论的获得均有充分的科学论据给予支持，采用的方法、使用设备等与当前社会发展相协调，制修订出的标准有利于开发和利用国家资源、推广科学技术成果；有利于促进对外经济技术合作与对外贸易的发展；有利于保障人民的安全、身体健康，保护生态环境；有利于维护消费者的利益等，总之做到“技术先进、经济合理、安全可靠、协调配套”的科学理念。

三、标准主要内容的确定依据及主要试验和验证情况分析

3.1 标准修订的主要内容

本文件代替 YS/T 1071-2015《双氧水用废催化剂化学分析方法 钯量的测定 分光光度法》，与 YS/T 943-2013 相比，主要技术变化如下：

- a)增加规范性引用文件、术语和定义(见 2、3)；
- b)保留分光光度法，并确定为方法一、仲裁法（见 4）；
- c)更改方法一中“相对允许差”为“再现性限”，“表 3”中“相对允许差”改为“再现性限”(见 4.7.2)；
- d)增加方法二电感耦合等离子体原子发射光谱法（见 5）；
- e)增加资料性附录（见附录 A、B）。

a) 保留分光光度法，并确定为方法一、仲裁法。将“表3”中“相对允许差”改为“再现性限”。

3.2 试液的制备

称取试料置于聚四氟乙烯消解罐中，加入 18 mL 盐酸、5 mL 过氧化氢，立即盖上罐内盖，旋紧外盖，置于 150 °C±5 °C烘箱中溶解 8 h 以上。取出，冷却，开罐将试液及不溶渣全部转入 200 mL 烧杯中，盖上表面皿，加热至微沸约 5 min。取下，用水吹洗表面皿和烧

杯壁，低温蒸发至约 25 mL。取下，冷却，用双层中速滤纸过滤试液于 100 mL 容量瓶中，并用水洗涤烧杯、沉淀各 8~10 次，用水稀释至刻度。混匀。

3.3 碱溶解时间

称取试样，置于底部预先均匀铺约 3 g 过氧化钠的高铝坩埚中，搅拌均匀，再加入约 2 g 过氧化钠覆盖于表面，置于 $730\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 马弗炉中分别熔解 10 min、15 min、20 min、25 min、30 min。结果显示 15 min、20 min、25 min、30 min 下钯含量接近且与管理样（GYZY-Pd-3#）结果吻合，考虑到熔解的充分性选择 20 min~25 min。

3.4 碱溶解温度

称取 0.5g 样品（精确至 0.0001g），置于底部预先均匀铺约 3 g 过氧化钠的高铝坩埚中，搅拌均匀，再加入约 2 g 过氧化钠覆盖于表面，分别置于 $690\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $710\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $720\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $730\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $740\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $760\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $770\text{ }^{\circ}\text{C}$ 马弗炉中分别熔解 20 min。结果显示 $710\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $720\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $730\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $740\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下钯含量与管理样 GYZY-Pd-3# 钯含量结果吻合， $690\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下溶解不完全，钯含量结果偏低； $760\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $770\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下熔解，钯含量略偏低。考虑到熔解的充分性选择 $730\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 为最佳熔解温度。

3.5 过氧化钠用量的选择

称取 0.5g 样品（精确至 0.0001g），分别置于底部预先均匀铺约 1 g、2 g、3 g、4 g 过氧化钠的高铝坩埚中，搅拌均匀，再加入约 2 g 过氧化钠覆盖于表面，置于 $730\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 马弗炉中分别熔解 20 min。结果显示底部预先均匀铺约 1 g 过氧化钠，熔解不完全，钯含量结果偏低；底部预先均匀铺约 2 g，溶解完全，钯含量结果与管理样 GYZY-Pd-3# 吻合；底部预先均匀铺约 3 g 溶解完全，钯含量结果与管理样 GYZY-Pd-3# 吻合；底部预先均匀铺约 4 g，能完全熔解完全，但不稳定易在熔融过程中溢出高铝坩埚，导致钯含量偏低。考虑到熔融过程中的合理性，选择底部预先均匀铺约 3 g 过氧化钠的高铝坩埚中，搅拌均匀，再加入约 2 g 过氧化钠覆盖于表面，为最佳条件。

3.6 称样量的选择

分别称取 0.5 g、1.0 g、1.5 g、1.6 g、1.7 g、1.8 g、2.0 g（精确至 0.0001g）样品，按实验操作处理。称样量为 0.5 g、1.0 g、1.5 g、1.6 g 的试液清亮。称样量为 1.7 g、1.8 g、2.0 g 的试液中有肉眼可见未溶解完全颗粒。由表 1 知，称样量为 0.5 g、1.0 g、1.5 g、1.6 g 溶解完全，钯含量与管理样（GYZY-Pd-3#）结果吻合，相对误差为 $-1.01\% \sim +0.10\%$ 。根据含量高低选择称样量为 0.5 g 和 1.0 g。

表1 称样量的选择

| 称样量/g | 熔解情况 | 相对误差/% |
|-------|-------------|--------|
| | | Pd |
| 0.5 | 熔解完全 | -0.51 |
| 0.5 | 熔解完全 | -0.42 |
| 0.5 | 熔解完全 | +0.10 |
| 1.0 | 熔解完全 | -0.53 |
| 1.0 | 熔解完全 | -0.22 |
| 1.0 | 熔解完全 | -0.11 |
| 1.5 | 熔解完全 | -0.72 |
| 1.5 | 熔解完全 | -0.41 |
| 1.5 | 熔解完全 | -0.72 |
| 1.6 | 熔解完全 | -1.01 |
| 1.6 | 熔解完全 | -0.83 |
| 1.6 | 熔解完全 | -0.85 |
| 1.7 | 熔解完全 | -1.51 |
| 1.7 | 熔解不完全, 有小颗粒 | -1.44 |
| 1.7 | 熔解不完全, 有小颗粒 | -1.70 |
| 1.8 | 熔解不完全, 有小颗粒 | -9.90 |
| 1.8 | 熔解不完全, 有小颗粒 | -9.50 |
| 1.8 | 熔解不完全, 有小颗粒 | -9.33 |
| 2.0 | 熔解不完全, 有小颗粒 | -18.81 |
| 2.0 | 熔解不完全, 有小颗粒 | -18.57 |
| 2.0 | 熔解不完全, 有小颗粒 | -19.01 |

3.7 碲共沉淀钯的条件

本文在“实验方法”条件下, 重点考察碲富集沉淀钯量。由表 2 可知, 当钯量达 5000 μg 时, 回收率大于 98%。本文选择的共沉淀条件为: 溶液为 4 mol/L 的盐酸体系, 加入 20 mL 碲溶液, 加热至微沸, 滴加 8 mL 二氯化锡溶液, 保持微沸 30 min。

表 2 碲共沉淀条件的影响

| 钯/ μg | 碲溶液 | 二氯化锡用 | 加热时间 | 相对误差/% |
|------------------|-----|-------|------|--------|
|------------------|-----|-------|------|--------|

| | | | | Pd |
|------|----|---|----|-----------|
| 5000 | 10 | 4 | 30 | -0.21 |
| 5000 | 15 | 6 | 30 | -0.42 |
| 5000 | 20 | 8 | 30 | +0.31 |
| 5000 | 10 | 4 | 60 | -0.50 |
| 5000 | 15 | 6 | 60 | -0.60 |
| 5000 | 20 | 8 | 60 | -0.33 |

3.8 仪器工作条件

本方法采用径向观测，保持观测高度为线圈上方 15 mm 和泵提升速度为 1.5mL/min 不变，通过钯标准级差溶液做工作曲线，改变分析功率（1.1~1.3 kw）、辅助气流量（0.15~0.3 L/min）、载气流量（0.7~0.9 L/min），观测在钯元素分析线的波长处，考察上述参数的变化，对双氧水用废催化剂中钯测定的质量浓度值影响情况。结果表明：改变上述参数对钯质量浓度值测定影响不大，但是改变载气流量时雾化器实际压力变化很大。所以选择仪器最佳工器工作条件如下：分析功率为 1.3 kw，辅助气流量为 0.2 L/min，载气流量为 0.8 L/min。

3.9 钯谱线的选择和碲谱线的影响

在厂家推荐的仪器工作条件下，待测元素选择 3~4 条谱线，建立 ICP-AES 测定方法。对钯元素级差标准溶液进行测定，制作工作曲线，再测定含有钯的标准溶液。根据谱线测得的强度值、波峰形状和基线情况，波峰尖锐、基线平滑、无干扰峰或干扰峰较小的谱线作为测定谱线；同时查看每一条谱线的线性系数和测定结果，选择线性系数大于 0.9999，且测定结果接近标准溶液标称值的谱线。

3.10 碲谱线的影响

经选择确定下来推荐的钯元素测定谱线的波长为 340.458 nm。在实验方法选定的钯谱线 340.458 nm 条件下，考察了试液中与钯谱线最近的碲谱线 340.679 nm 对测定钯的影响。结果见图 1。由图 1 可知，碲的存在对 ICP 测定钯元素没有干扰。

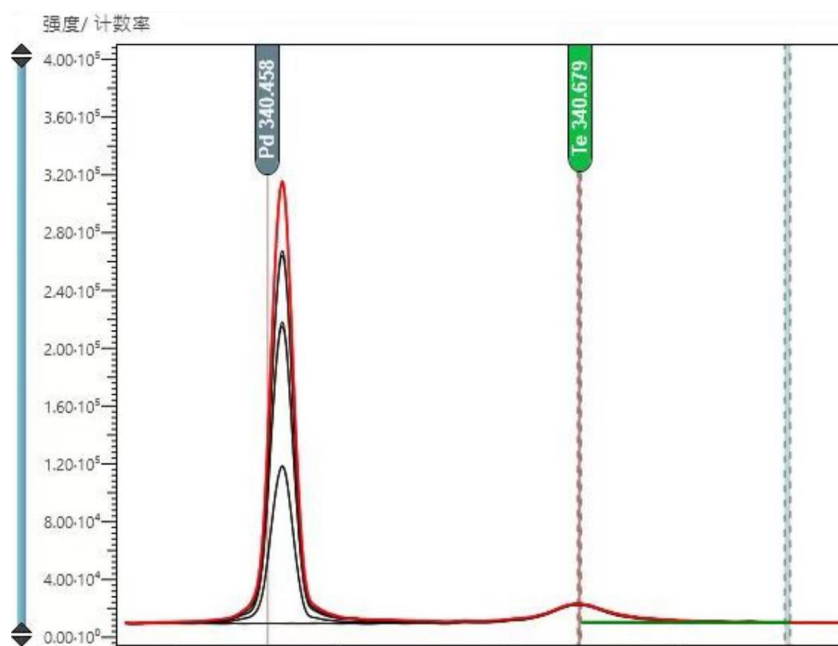


图1 碲谱线的影响

3.11 检出限

按照仪器设定的工作条件对标准级差溶液系列进行测定，以待测元素钯的质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，绘制校准曲线，线性范围、线性回归方程和相关系数见表 3。在仪器最佳条工作件下对空白溶液连续测定 11 次，以 3 倍标准偏差计算钯的检出限，结果列于表 3。推荐选定钯谱线为 340.458nm。

表 3 钯元素的检出限

| 元素 | 波长/nm | 线性范围 μg/mL | 线性回归方程 | 相关系数 | 检出限 μg/mL |
|----|---------|---------------|---------------------|--------|--------------|
| Pd | 340.458 | 0.50~50.00 | $y=-0.181+0.0001 x$ | 1.0000 | 0.017 |

3.12 测定盐酸浓度的选择

盐酸的引入会使分析试液的提升速率和测定元素的谱线强度发生变化，从而影响测定结果。考察了 5%、10%、15% 和 20% 的盐酸浓度对测定元素的影响。实验结果表明，随着酸度的变化，钯元素的测定值也随之变化，用 5% 盐酸的测定值最大，而 10%~20% 盐酸对钯元素测定影响不大，10% 盐酸测定值最稳定，本实验选择 10% 盐酸为标准溶液和样品溶液介质。

3.13 样品加标回收率

通过加标回收来验证方法的准确度。分别称取一定量样品 GYZY-Pd-1 新#、GYZY-Pd-2# 新、GYZY-Pd-3#、GYZY-Pd-4#新，按“实验方法”处理后，分别加入一定量钯标准溶液，再按“实验方法”测定。结果见表 4。由表 4 可知，加标回收率为 98.4%~101.3%，能够满足实际样品分析对准确度的要求。

表 4 加标回收试验结果

| 样品编号 | 测定值 μg/mL | 加入量 μg/mL | 测定总值 μg/mL | 加标回收率/% |
|--------------|--------------|--------------|---------------|---------|
| GYZY-Pd-1 新# | 1.46 | 25.00 | 26.26 | 99.2 |
| | 1.46 | 25.00 | 26.36 | 99.6 |
| | 1.46 | 25.00 | 26.56 | 100.4 |
| | 1.67 | 20.00 | 21.83 | 100.8 |
| | 1.67 | 20.00 | 21.75 | 100.4 |
| | 1.67 | 20.00 | 21.93 | 101.3 |
| | 2.35 | 10.00 | 12.43 | 100.8 |
| | 2.35 | 10.00 | 12.39 | 100.4 |
| | 2.35 | 10.00 | 12.31 | 99.6 |
| GYZY-Pd-2#新 | 5.07 | 20.00 | 24.75 | 98.4 |
| | 5.07 | 20.00 | 24.99 | 99.6 |
| | 5.07 | 20.00 | 25.07 | 100.0 |
| | 7.63 | 15.00 | 22.71 | 100.5 |
| | 7.63 | 15.00 | 22.54 | 99.4 |
| | 7.63 | 15.00 | 22.56 | 99.5 |
| | 9.45 | 10.00 | 19.36 | 99.1 |
| | 9.45 | 10.00 | 19.44 | 99.9 |
| | 9.45 | 10.00 | 19.48 | 100.3 |
| GYZY-Pd-3# | 9.05 | 20.00 | 28.99 | 99.7 |
| | 9.05 | 20.00 | 29.01 | 99.8 |

| | | | | |
|--------------------|-------|-------|-------|-------|
| | 9.05 | 20.00 | 29.05 | 100.0 |
| | 15.04 | 10.00 | 25.06 | 100.2 |
| | 15.04 | 10.00 | 25.10 | 100.6 |
| | 15.04 | 10.00 | 25.03 | 99.9 |
| | 17.23 | 5.00 | 22.21 | 99.5 |
| | 17.23 | 5.00 | 22.19 | 99.2 |
| | 17.23 | 5.00 | 22.20 | 99.3 |
| GYZY-Pd-4#新 | 8.65 | 20.00 | 28.57 | 99.6 |
| | 8.65 | 20.00 | 28.61 | 99.8 |
| | 8.65 | 20.00 | 28.67 | 100.1 |
| | 16.27 | 10.00 | 26.28 | 100.1 |
| | 16.27 | 10.00 | 26.30 | 100.3 |
| | 16.27 | 10.00 | 26.29 | 100.2 |
| | 21.23 | 5.00 | 26.25 | 100.3 |
| | 21.23 | 5.00 | 26.22 | 99.7 |
| | 21.23 | 5.00 | 26.21 | 99.6 |

3.14 方法精密度

分别称取 GYZY-Pd-1#新、GYZY-Pd-2#新、GYZY-Pd-3#、GYZY-Pd-4#新样品各 11 杯，按照“实验方法”处理、测定，并进行精密度统计。结果见表 5，由表 5 可知，精密度结果为 0.47%~1.10%。

表 5 精密度试验结果 (n=11)

| 方法 | 编号 | 测定值 w/g/t | 平均值(n=11) g/t | RS D % |
|-----------------|-------------|---|------------------|--------------|
| 方法 二： 电感耦 | GYZY-Pd-1#新 | 225.9、238.8、235.1、225.1、232.2、 226.1、234.8、233.4、234.2、227.3、 225.0 | 230.7 | 2.14 |

| | | | | |
|--------------|-------------|--|--------|------|
| 合等离子体原子发射光谱法 | GYZY-Pd-2#新 | 950.0、944.6、953.9、940.5、941.0、 948.9、949.5、943.8、952.6、965.4、 937.1 | 947.9 | 0.83 |
| | GYZY-Pd-3# | 3445.6、3487.2、3485.7、3428.5、 3478.9、3475.7、3424.6、3479.3、 3480.8、3485.7、3469.0 | 3467.4 | 0.67 |
| | GYZY-Pd-4#新 | 5465.9、5376.3、5345.0、5469.5、 5396.7、5349.9、5370.7、5390.2、 5454.7、5402.3、5437.0 | 5405.3 | 0.83 |

四、标准中涉及专利的情况

本标准不涉及专利问题

五、预期达到的社会效益等情况

（一）项目的必要性简述

修订本标准的原则是以中华人民共和国有色金属行业标准 YS/T 1071-2015 为基础。碱熔-碲富集-电感耦合等离子体发射光谱法与分光光度法相比准确度、精密度吻合，且分析快速、操作简便、线性范围宽、选择性好、可同时测定数十个样品，经受了长期实践的考验，分析结果的可靠性已被同行认可。鉴于行业内部分中小型企业实验室仍在采用分光光度法，部分有业务交易的大中性企业实验室已采用我们推荐的碱熔-碲富集-电感耦合等离子体发射光谱法，且在废料交易时，双方更多采用经典的光度法与快速的 ICP 法进行结果对照。因有较多企业建议将碱熔-碲富集-电感耦合等离子体发射光谱法纳入本标准中，并将结果准确度和精密度好的经典光度法作为方法一，即仲裁法，将分析快速，结果准确、精密的碱熔-碲富集分离-ICP 法作为方法二，两个方法联合使用，将能更好的服务于市场。故提出修订本标准。

（二）项目的可行性简述

贵研资源（易门）有限公司在贵金属资源回收行业是领先企业，标准起草人员多次参与参与双氧水用废钯催化剂钯含量的分析检测，其标准起草团队多次参与有色行业标准的起草、验证等工作，能够胜任标准的编制工作。所以，对于标准的修订在应用方面都十分必要，同时该标准中的修订内容，也进行了试验验证和比较，修改、新增内容切实可行。

（三）标准的先进性、创新性、标准实施后经济效益和社会效益

先进性：采用 ICP-AES 技术，分析快速、线性范围宽、选择性好、可多元素同时测定、操作简便，满足市场、生产快速分析要求。

创新性：采用高温过氧化钠熔解样品技术，样品熔解快速、完全，解决酸溶解样品费时难题。操作简便，易于掌握。（此处重新起一行）采用碲富集分离技术，解决测定试液中大量铝、硅、钠对 ICP 测定的影响，扩大 ICP 仪器利用率。具有良好的可操作性和普遍适用性。

经济效益：目前，国内每年失效双氧水钨催化剂在 800 吨左右，在二次资源废料中占有较大的比例。本标准修订发布后，可促进国内该废催化剂的回收利用，每年创造接近 3 亿元，符合当前市场发展的要求和应用方向。

社会效益：本标准修订发布，以及相关论文发表，将扩大主起草、参与起草单位在行业内废料分析的影响力，与贵金属废料回收产业化的建设、科学发展的理念相符合，对振兴我国贵金属民族产业也具有重要意义。

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

无采用。

七、与现行法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性国家标准的协调配套情况

目前并未检索到国内相关国家标准或行业标准。本标准完全满足现行国家法律、法规等的要求，标准格式规范。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

九、标准性质的建议说明

根据标准化法和有关规定，建议本标准作为推荐性行业标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

1. 首先应在实施前保证标准文本的充足供应，使每个检测机构以及相关单位等都能及时得到标准文本，这是保证新标准贯彻实施的基础。

2. 本次制定的《双氧水用废催化剂化学分析方法 钨含量的测定 分光光度法电感耦合等离子体原子发射光谱法》，不仅与检测机构有关，而且与使用企业相关。对于标准使用过程中容易出现的疑问，起草单位有义务进行必要的解释。

3. 可以对相关部门进行标准的培训宣贯，以保证标准的贯彻实施。

4. 建议本标准批注发布6个月后实施。

十一、废止现行有关标准的建议

本标准发布实施之日起，代替 YS/T 1071-2015 《双氧水用废催化剂化学分析方法 钯量的测定 分光光度法》

十二、其他应予说明的事项

无。

各验证单位验证数据

1 金川集团股份有限公司检测中心

| 测定次数 | 测定结果 Pd/g/t | | | |
|------|-------------|-------------|------------|-------------|
| | GYZY-Pd-1#新 | GYZY-Pd-2#新 | GYZY-Pd-3# | GYZY-Pd-4#新 |
| 1 | 236.4 | 940.2 | 3450.6 | 5370.2 |
| 2 | 232.8 | 942.5 | 3446.8 | 5346.4 |
| 3 | 237.5 | 948.6 | 3475.3 | 5370.6 |
| 4 | 241.8 | 940.4 | 3452.6 | 5460.8 |
| 5 | 237.6 | 944.2 | 3476.2 | 5357.6 |
| 6 | 235.2 | 943.8 | 3466.8 | 5410.8 |
| 7 | 236.3 | 950.6 | 3464.2 | 5402.6 |
| 8 | 234.2 | 946.2 | 3460.6 | 5336.9 |
| 9 | 241.6 | 952.6 | 3438.8 | 5488.5 |
| 10 | 240.2 | 942.6 | 3466.8 | 5368.5 |
| 11 | 243.6 | 953.4 | 3478.0 | 5412.6 |
| 平均值 | 237.9 | 945.9 | 3461.5 | 5393.2 |
| RSD% | 1.45 | 0.50 | 0.37. | 0.88 |

2 江西省君鑫贵金属科技材料有限公司精密度实验数据

| 测定次数 | 测定结果 Pd/g/t | | | |
|------|-------------|-------------|------------|-------------|
| | GYZY-Pd-1#新 | GYZY-Pd-2#新 | GYZY-Pd-3# | GYZY-Pd-4#新 |
| 1 | 232.4 | 940.3 | 3435.6 | 5358.3 |
| 2 | 233.5 | 948.3 | 3458.6 | 5351.2 |
| 3 | 235.9 | 952.3 | 3476.1 | 5397.5 |
| 4 | 231.2 | 956.6 | 3432.1 | 5339.3 |

| | | | | |
|------|-------|-------|--------|--------|
| 5 | 239.5 | 961.3 | 3429.5 | 5362.4 |
| 6 | 238.8 | 943.2 | 3477.4 | 5355.7 |
| 7 | 241.3 | 946.4 | 3480.1 | 5369.5 |
| 8 | 247.4 | 955.3 | 3453.2 | 5379.6 |
| 9 | 230.5 | 948.3 | 3456.4 | 5357.3 |
| 10 | 231.3 | 946.5 | 3463.2 | 5382.5 |
| 11 | 233.2 | 947.8 | 3445.7 | 5343.6 |
| 平均值 | 235.9 | 949.7 | 3455.3 | 5363.4 |
| RSD% | 2.24 | 0.65 | 0.53 | 0.33 |

3 北矿检测技术股份有限公司精密度实验数据

| 测定次数 | 测定结果 Pd/g/t | | | |
|------|-------------|-------------|------------|-------------|
| | GYZY-Pd-1#新 | GYZY-Pd-2#新 | GYZY-Pd-3# | GYZY-Pd-4#新 |
| 1 | 228.1 | 917.7 | 3327.7 | 5242.5 |
| 2 | 216.6 | 928.2 | 3251.3 | 5176.7 |
| 3 | 229.0 | 904.5 | 3334.9 | 5147.2 |
| 4 | 232.0 | 929.4 | 3286.4 | 5210.2 |
| 5 | 217.8 | 894.4 | 3366.6 | 5079.4 |
| 6 | 223.6 | 912.6 | 3417.6 | 5164.8 |
| 7 | 219.6 | 907.4 | 3323.4 | 5226.4 |
| 8 | 220.6 | 899.7 | 3352.4 | 5314.9 |
| 9 | 231.4 | 900.2 | 3350.3 | 5189.6 |
| 10 | 224.9 | 914.4 | 3370.9 | 5285.4 |
| 11 | 221.2 | 923.1 | 3409.5 | 5165.5 |
| 平均值 | 224.1 | 912.0 | 3344.6 | 5200.2 |
| RSD% | 2.42 | 1.30 | 1.46 | 1.27 |

4 沈阳中色稀贵金属新材料有限公司精密度实验数据

| 测定次数 | 测定结果 Pd/g/t | | | |
|------|-------------|-------------|------------|-------------|
| | GYZY-Pd-1#新 | GYZY-Pd-2#新 | GYZY-Pd-3# | GYZY-Pd-4#新 |
| 1 | 234.7 | 950.9 | 3469.9 | 5418.1 |
| 2 | 237.5 | 945.8 | 3463.2 | 5370.5 |
| 3 | 238.1 | 954.5 | 3456.9 | 5367.5 |
| 4 | 232.8 | 943.3 | 3453.0 | 5381.1 |
| 5 | 232.2 | 944.3 | 3448.2 | 5342.4 |
| 6 | 233.1 | 945.5 | 3452.4 | 5410.1 |
| 7 | 233.3 | 949.8 | 3469.8 | 5333.1 |
| 8 | 236.9 | 946.2 | 3460.4 | 5337.4 |
| 9 | 234.0 | 951.5 | 3453.2 | 5407.9 |
| 10 | 233.9 | 944.9 | 3468.7 | 5420.3 |
| 11 | 234.6 | 948.3 | 3457.8 | 5388.7 |
| 平均值 | 234.6 | 947.7 | 3459.4 | 5379.7 |
| RSD% | 0.85 | 0.37 | 0.22 | 0.60 |

5 江苏北矿金属循环利用科技有限公司精密度实验数据

| 测定次数 | 测定结果 Pd/g/t | | | |
|------|-------------|-------------|------------|-------------|
| | GYZY-Pd-1#新 | GYZY-Pd-2#新 | GYZY-Pd-3# | GYZY-Pd-4#新 |
| 1 | 233.0 | 948.5 | 3467.2 | 5482 |
| 2 | 242.2 | 949.1 | 3445.1 | 5438.5 |
| 3 | 233.1 | 950.9 | 3464.5 | 5387.3 |
| 4 | 232.6 | 947.6 | 3472.4 | 5513.1 |
| 5 | 232.9 | 951.8 | 3460.7 | 5301.9 |
| 6 | 226.7 | 933.9 | 3465.1 | 5439.8 |
| 7 | 224.9 | 939.2 | 3444.1 | 5381.2 |
| 8 | 232.6 | 945.2 | 3430.8 | 5369.3 |
| 9 | 231.1 | 959.7 | 3457.6 | 5383.5 |

| | | | | |
|------|-------|-------|--------|--------|
| 10 | 233.1 | 959.5 | 3460.4 | 5506.7 |
| 11 | 240.5 | 934.3 | 3466.0 | 5292.5 |
| 平均值 | 233.0 | 947.2 | 3457.6 | 5408.7 |
| RSD% | 2.15 | 0.92 | 0.36 | 1.38 |

6 国标（北京）检验认证有限公司精密度实验数据

| 测定次数 | 测定结果 Pd/g/t | | | |
|-------|-------------|-------------|------------|-------------|
| | GYZY-Pd-1#新 | GYZY-Pd-2#新 | GYZY-Pd-3# | GYZY-Pd-4#新 |
| 1 | 233.9 | 945.3 | 3504.1 | 5504.1 |
| 2 | 230.7 | 947.9 | 3511.2 | 5499.3 |
| 3 | 233.7 | 950.1 | 3489.2 | 5438.4 |
| 4 | 234.6 | 957.2 | 3511.3 | 5512.2 |
| 5 | 230.3 | 947.5 | 3532.4 | 5532.4 |
| 6 | 234.6 | 943 | 3478.5 | 5406.3 |
| 7 | 236.1 | 942.1 | 3520.1 | 5434.2 |
| 8 | 234.3 | 955.2 | 3513.2 | 5400.1 |
| 9 | 237.3 | 949.7 | 3529.4 | 5476.5 |
| 10 | 236.1 | 948.2 | 3489.4 | 5423.1 |
| 11 | 235.3 | 950.3 | 3478.5 | 5423.9 |
| 平均值 t | 234.3 | 948.8 | 3505.2 | 5459.1 |
| RSD% | 0.92 | 0.48 | 0.54 | 0.86 |

7 广东省科学院工业分析检测中心精密度实验数据

| 测定次数 | 测定结果 Pd/g/t | | | |
|------|-------------|-------------|------------|-------------|
| | GYZY-Pd-1#新 | GYZY-Pd-2#新 | GYZY-Pd-3# | GYZY-Pd-4#新 |
| 1 | 235.7 | 949.1 | 3437.9 | 5375.2 |
| 2 | 233.2 | 944.9 | 3478.7 | 5351.4 |
| 3 | 241.4 | 950.3 | 3481.5 | 5367.1 |
| 4 | 243.7 | 939.4 | 3465.6 | 5456.9 |

| | | | | |
|------|-------|-------|--------|--------|
| 5 | 239.4 | 946.1 | 3464.2 | 5379.6 |
| 6 | 236.8 | 942.9 | 3470.2 | 5420.3 |
| 7 | 234.3 | 949.6 | 3442.0 | 5400.7 |
| 8 | 232.8 | 936.1 | 3474.6 | 5383.3 |
| 9 | 242.5 | 950.3 | 3432.7 | 5494.1 |
| 10 | 238.7 | 952.8 | 3473.6 | 5387.6 |
| 11 | 234.1 | 953.8 | 3474.0 | 5435.5 |
| 平均值 | 237.5 | 946.8 | 3463.2 | 5404.7 |
| RSD% | 1.63 | 0.59 | 0.50 | 0.79 |

8 横峰县凯怡实业有限公司精密度实验数据

| 测定次数 | 测定结果 Pd/g/t | | | |
|-------|-------------|-------------|------------|-------------|
| | GYZY-Pd-1#新 | GYZY-Pd-2#新 | GYZY-Pd-3# | GYZY-Pd-4#新 |
| 1 | 243.9 | 953.0 | 3434.6 | 5336.4 |
| 2 | 240.9 | 951.9 | 3420.5 | 5355.9 |
| 3 | 248.5 | 961.5 | 3445.2 | 5350.9 |
| 4 | 247.3 | 966.3 | 3451.3 | 5344 |
| 5 | 250.2 | 955.4 | 3440.6 | 5348.4 |
| 6 | 244.5 | 948.8 | 3442.8 | 5360.5 |
| 7 | 246.9 | 965.4 | 3429.6 | 5365.3 |
| 8 | 249.6 | 957.2 | 3442.3 | 5356.6 |
| 9 | 255.3 | 963.5 | 3421.6 | 5366.5 |
| 10 | 252.4 | 962.7 | 3456.4 | 5339.6 |
| 11 | 246.6 | 959.6 | 3452.5 | 5358.8 |
| 平均值 | 247.8 | 958.7 | 3439.8 | 5353.0 |
| RSD/% | 1.63 | 0.61 | 0.35 | 1.87 |

9 中国石油大学（北京）精密度实验数据

| 测定次数 | 测定结果 Pd/g/t | | | |
|-------|-------------|-------------|------------|-------------|
| | GYZY-Pd-1#新 | GYZY-Pd-2#新 | GYZY-Pd-3# | GYZY-Pd-4#新 |
| 1 | 233.8 | 942.3 | 3445.6 | 5358.3 |
| 2 | 233.8 | 952.4 | 3481.2 | 5351.2 |
| 3 | 234.8 | 945.8 | 3464.7 | 5367.5 |
| 4 | 241.2 | 947.3 | 3468.5 | 5339.3 |
| 5 | 238.9 | 947.9 | 3458.2 | 5332.4 |
| 6 | 241.3 | 942.1 | 3445.7 | 5335.7 |
| 7 | 242.9 | 952.5 | 3484.6 | 5329.5 |
| 8 | 231.2 | 948.9 | 3455.3 | 5359.6 |
| 9 | 232.8 | 950.2 | 3440.8 | 5347.3 |
| 10 | 233.7 | 947.5 | 3445.7 | 5342.5 |
| 11 | 235.2 | 947.6 | 3448.8 | 5343.6 |
| 平均值 | 236.3 | 947.7 | 3458.1 | 5346.1 |
| RSD/% | 1.69 | 0.36 | 0.43 | 2.25 |

通过采用格拉布斯法（Grubbs法）检验组内离群值：检验出歧离值予以保留，统计离群值予以剔除。采用狄克逊法（Dixon法）检验组间离群值：检验出的歧离值和统计离群值，歧离值予以保留，统计离群值予以剔除。计算出的重复性限和再现性限于下表。

重复性限

| | | |
|-------------|----------|--------|
| GYZY-Pd-1#新 | 质量分数/g/t | 234.0 |
| | r/g/t | 5 |
| GYZY-Pd-2#新 | 质量分数/g/t | 945.3 |
| | r/g/t | 8 |
| GYZY-Pd-3# | 质量分数/g/t | 3459.9 |
| | r/g/t | 26 |
| GYZY-Pd-4#新 | 质量分数/g/t | 5421.9 |
| | r/g/t | 52 |

在现性限

| | | |
|-------------|----------|--------|
| GYZY-Pd-1#新 | 质量分数/g/t | 234.0 |
| | r/g/t | 14 |
| GYZY-Pd-2#新 | 质量分数/g/t | 945.3 |
| | r/g/t | 21 |
| GYZY-Pd-3# | 质量分数/g/t | 3459.9 |
| | r/g/t | 71 |
| GYZY-Pd-4#新 | 质量分数/g/t | 5421.9 |
| | r/g/t | 144 |