

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 1071—202x

代替YS/T 1071—2015

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 电感耦合等离子体发射光谱法

Chemical analysis methods of hydrogen peroxide spent catalysts—

Determination of palladium content —

Spectrometry and Inductively coupled plasma optical emission spectrometry

(征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布



## 前 言

本文件是对YS/T 1071-2015《双氧水用废催化剂化学分析方法 钨量的测定 分光光度法》的修订。本文件代替YS/T 1071-2015《双氧水用废催化剂化学分析方法 钨量的测定 分光光度法》，与YS/T 1071-2015相比，除结构性调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

本文件与原文件相比，主要有如下变动：

- 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”，(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）。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）归口。

本文件负责起草单位：贵研资源（易门）有限公司。

本文件参加起草单位：……。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

—— YS/T 1071-2015。

# 双氧水用废催化剂化学分析方法

## 钡量的测定

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，并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

本文件规定了双氧水用废催化剂中钡量的测定方法。

本文件适用于双氧水用废催化剂中钡含量的测定。测定范围：200.0 g/t~6000.0 g/t。

### 2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

### 4 方法一 分光光度法（仲裁法）

#### 4.1 原理

试料用盐酸、过氧化氢于聚四氟乙烯消解罐中密闭加热溶解。用二苄基二硫代乙二酰胺与钡(II)显色，三氯甲烷萃取，双波长分光光度法测定钡的质量分数。

#### 4.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

4.2.1 无水硫酸钠。

4.2.2 三氯甲烷。

4.2.3 盐酸（ $\rho$  1.19 g/mL）。

4.2.4 硝酸（ $\rho$  1.42 g/mL）。

4.2.5 过氧化氢（30%）。

4.2.6 盐酸（7+3）。

4.2.7 二苄基二硫代乙二酰胺（DbDo）丙酮溶液（10 g/L）：称取 1 g DbDo 溶于 100 mL 丙酮，混匀。

4.2.8 氯化钠溶液（250 g/L）。

4.2.9 钡标准贮存溶液：称取0.1000 g金属钡（质量分数不小于99.99%）于200 mL烧杯中，加入5 mL盐酸（4.2.3）、1 mL硝酸（4.2.4），盖上表面皿，低温加热溶解。加入1 mL氯化钠溶液（4.2.8），低温蒸至湿盐状，加入5 mL盐酸（4.2.3），低温蒸至湿盐状。取下，冷却，加入10 mL盐酸（4.2.3），转入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度。混匀。此溶液1 mL含1 mg钡。或采用国家标准贮存溶液（1000  $\mu$ g/mL，10%盐酸）。

4.2.10 钡标准溶液：移取 5.00 mL 钡标准贮存溶液（4.2.9）于 250 mL 容量瓶中，加入 12.5 mL 盐酸（4.2.3），用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 20  $\mu\text{g}$  钡。

4.2.11 聚四氟乙烯消解罐，容积 50 mL。

### 4.3 仪器与设备

紫外可见双波长分光光度计。

### 4.4 样品

3.4.1 称取 200 g 试样于已恒量的瓷蒸发皿中，置于马弗炉中，升温至 800  $^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  灼烧 3 h（每隔 1 h 取出搅动），取出，稍冷，置于干燥器中，冷至室温。称重，精确至 0.01 g。

4.4.2 将试样制备均匀，粒度应不大于 0.074 mm，于 100  $^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  烘箱中烘 1 h，置于干燥器中冷却后，待用。

### 4.5 试验步骤

#### 4.5.1 试料

按表 1 称取试样，精确至 0.0001 g。

表 1 试料量

钡的质量分数 g/t	试料量 g
200.0~2000.0	1.0
> 2000.0~4000.0	0.6
> 4000.0~6000.0	0.3

#### 4.5.2 平行试验

平行做两份试验。

#### 4.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

#### 4.5.4 测定

##### 4.5.4.1 试液制备

将试料（4.4.2）置于聚四氟乙烯消解罐中，加入 18 mL 盐酸（4.2.3）、5 mL 过氧化氢（4.2.5），立即盖上罐内盖，旋紧外盖，置于 150  $^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  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。

##### 4.5.4.2 测定

移取试液（含钡量 < 120  $\mu\text{g}$ ）于 50 mL 比色管中，加入水至总体积约 10 mL，加入 5 mL 盐酸（4.2.3），混匀，加入 0.6 mL DbDo 丙酮溶液（4.2.7），混匀。于 40  $^{\circ}\text{C}$  水浴中显色 20 min。取出，立即加入 15.00 mL 三氯甲烷（4.2.2），振荡萃取 1 min，将溶液转入分液漏斗中静置分相，再将下层有机相放入另一分液漏斗中，加入 10 mL 盐酸（4.2.6），用力振荡洗涤 15 s，用干滤纸条吸干漏斗颈中水珠，将有机相放入 10 mL 干燥容量瓶中至近刻度，放置约 30 min 至有机相清亮。加入约 0.1 g 无水硫酸钠粉末（4.2.1），轻轻倒转容量瓶 3 次，混匀。转入 1 cm 比色皿中，以试剂空白作参比，于选定波长下用双波长等吸收法测定络合物吸光度  $A_{\lambda 454 \text{ nm}}$ 、 $A_{\lambda 548 \text{ nm}}$ ，计算络合物吸光度差（ $\Delta A = A_{\lambda 454 \text{ nm}} - A_{\lambda 548 \text{ nm}}$ ）。从工作曲线上查得钡量。

##### 4.5.4.3 工作曲线的绘制

移取钡标准溶液 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 分别于 50 mL

比色管中，加入水至总体积 10 mL，加入 5 mL 盐酸（4.2.3），以下按“4.5.4.2”进行，以钯量为横坐标，钯吸光度差（ $\Delta A$ ）为纵坐标，绘制工作曲线。钯工作曲线相关系数不小于 0.9990。

#### 4.6 分析结果的表述

按式（1）计算 Pd 的质量分数  $w_{Pd}$ ，数值以 g/t 表示：

$$w_{Pd} = \frac{m_1 \cdot V_0}{m_0 \cdot V_1} \quad (1)$$

式中：

$m_1$ ——从工作曲线中查得钯量，单位为微克（ $\mu\text{g}$ ）；

$V_1$ ——分取试液体积，单位为毫升（mL）；

$V_0$ ——试液总体积，单位为毫升（mL）；

$m_0$ ——试料的质量，单位为克（g）。

所得结果保留至小数点后一位。

#### 4.7 精密度

##### 4.7.1 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大于重复性限( $r$ )，大于重复性限( $r$ )的情况不超过5%，重复性限( $r$ )按表2数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 重复性限

$w_{Pd}/\text{g/t}$	251.5	988.0	3459.9	5563.9
$r/\text{g/t}$	2	6	14	28

##### 4.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差不大于再现性限（ $R$ ），超过再现性限（ $R$ ）的情况不超过5%，再现性限（ $R$ ）按表3数据采用线性内插法或外延法求得。

表 3 再现性限

$w_{Pd}/\text{g/t}$	251.5	988.0	3459.9	5563.9
$R/\text{g/t}$	6	17	37	78

## 5 方法二：电感耦合等离子体原子发射光谱法

### 5.1 原理

试料用过氧化钠熔融，于约4 mol/L盐酸介质中，以碲共沉淀富集钯分离共存离子。于稀盐酸介质中，电感耦合等离子体发射光谱仪测定，计算钯的质量分数。

### 5.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

#### 5.2.1 过氧化钠。

5.2.2 盐酸（ $\rho$  1.19 g/mL）。

5.2.3 硝酸（ $\rho$  1.42 g/mL）。

5.2.4 盐酸与硝酸混合酸：（3+1），用时现配。

5.2.5 盐酸（3+7）。

5.2.6 盐酸（1+9）。

5.2.7 碲溶液 (2.5 mg/mL)：称取1.25 g金属碲于200 mL烧杯中，加入6 mL盐酸 (5.2.2)、3 mL硝酸 (5.2.3)，盖上表面皿，低温溶解至完全，并蒸至近干。取下，加入5 mL盐酸 (5.2.2)，蒸至近干，反复3次。取下，冷却，用水吹洗表面皿，用盐酸 (5.2.5) 转入500 mL容量瓶中，并稀释至刻度，混匀。

5.2.8 二氯化锡溶液 (1 mol/L)：称取22.6 g二氯化锡 ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) 于150 mL烧杯中，加入30 mL盐酸 (5.2.2)，低温溶解至溶液清亮。取下，冷却，转入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.2.9 钡标准贮存溶液：称取0.1000 g金属钡 (质量分数不小于99.99%)，置于250 mL烧杯中，加入5 mL盐酸 (5.2.2)、1 mL硝酸 (5.2.3)，盖上表面皿，低温溶解至完全。取下，冷却，用水冲洗表面皿及杯壁，加入10 mL盐酸 (5.2.2)，转入100 mL容量瓶，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1000  $\mu\text{g}$ 钡。或采用国家标准贮存溶液 (1000  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，10%盐酸)。

5.2.10 钡标准溶液：移取10.00 mL钡标准贮存溶液 (5.2.9) 于100 mL容量瓶中，用盐酸 (5.2.6) 稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100  $\mu\text{g}$ 钡。

5.2.11 氩气，纯度不小于99.999%。

5.2.12 高铝坩埚 (容积，30 mL)。

5.2.13 玻砂漏斗 (规格，G 3；容积，60 mL)。

### 5.3 仪器设备

电感耦合等离子体原子发射光谱仪 (工作参数见附录 A)。

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：氩等离子体光源，发生器最大输出功率不小于 1.30kW。

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

——仪器稳定性：仪器 1h 内漂移不大于 2.0%。

### 5.4 试样

5.4.1 称取 200 g 试样于已恒量的瓷蒸发皿中，置于马弗炉中，升温至 800  $^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  灼烧 3 h (每隔 1 h 取出搅动)，取出，稍冷，置于干燥器中，冷至室温。称重，精确至 0.01 g。

5.4.2 将试样制备均匀，粒度应不大于 0.074 mm，于 100  $^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  烘箱中烘 1 h，置于干燥器中冷却后，待用。

### 5.5 分析步骤

#### 5.5.1 试料

按表 4 称取试样，精确至 0.0001 g。

表 4 试料量

钡的质量分数 g/t	试料量/ g
200.0~2000.0	1.0
> 2000.0~6000.0	0.5

#### 5.5.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

#### 5.5.3 空白试验

随同试料作空白试验。

#### 5.5.4 测定

##### 5.5.4.1 试液制备

试料(5.4.2)置于底部预先均匀铺约3 g过氧化钠(5.2.1)的高铝坩埚 (5.2.12) 中，搅拌均匀，再加

入约2 g过氧化钠(5.2.1)覆盖于表面,置于730 °C±10 °C马弗炉中熔解20 min。取出,冷却,置于400 mL烧杯中,加入100 mL水,盖上表面皿,待反应停止。用水吹洗表面皿,用盐酸(5.2.6)吹洗高铝坩埚内、外壁,加入40 mL盐酸(5.2.2),加热至溶液清亮。加入20 mL碲溶液(5.2.7),加热至微沸,滴加8 mL二氯化锡溶液(5.2.8),盖上表面皿,加热微沸30 min,至沉淀絮凝,溶液清亮,取下,用水吹洗表面皿,用玻砂漏斗趁热过滤,用水洗涤烧杯及沉淀各3~5次,弃去滤液。用约12 mL热盐酸与硝酸混合酸(5.2.4)溶解沉淀,用水洗涤玻砂漏斗3~5次,溶液全部接于原烧杯中,盖上表面皿,低温蒸至湿盐状。取下,冷却,用水吹洗表面皿,加入10 mL盐酸(5.2.2),转入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀后待测定。

5.5.4.2 于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上,在选定的仪器工作条件下,当工作曲线线性相关系数 $r \geq 0.9999$ ,测量试液及随同试料空白中钯元素的谱线强度,从工作曲线上确定钯的质量浓度。

### 5.5.5 工作曲线的绘制

5.5.5.1 分别移取0 mL、0.50 mL、1.00 mL、5.00 mL、25.00 mL、50.00 mL钯标准溶液(5.2.10),置于一组100 mL容量瓶中,用盐酸(5.2.6)稀释至刻度,混匀。得到钯为0.00 µg/mL、0.50 µg/mL、1.00 µg/mL、5.00 µg/mL、25.00 µg/mL、50.00 µg/mL系列钯标准级差溶液。

5.5.5.2 在选定的仪器工作条件下,依次测定钯标准级差溶液和样品溶液的强度值,计算机绘制校准曲线并自动打印出结果。

## 5.6 结果计算

按式(2)计算Pd的质量分数 $w_{Pd}$ ,数值以g/t表示:

$$W(g/t) = \rho \cdot V/m \dots \dots \dots (2)$$

式中:

$\rho$ ——自工作曲线上查得的钯的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$V$ ——试液总体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试样重量,单位为克(g);

所得结果保留至小数点后一位。

## 5.7 精密度

### 5.7.1 重复性限

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大于重复性限( $r$ ),大于重复性限( $r$ )的情况不超过5%,重复性限( $r$ )按表5数据采用线性内插法或外延法求得。

表5 重复性限

$w_{Pd}/g/t$	234.0	945.3	3459.9	5421.9
$r/g/t$	5	8	26	52

### 5.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差不大于再现性限( $R$ ),超过再现性限( $R$ )的情况不超过5%,再现性限( $R$ )按表6数据采用线性内插法或外延法求得。

表6 再现性限

$w_{Pd}/g/t$	234.0	945.3	3459.9	5421.9
$R/g/t$	14	21	71	144

## 6 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。
-

## 附录 A

(资料性)

## 推荐的仪器工作条件

## 电感耦合等离子体原子发射光谱仪工作条件

使用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定双氧水用废催化剂中钯含量，仪器工作条件见表 A.1 和表 A.2。

表 A.1 仪器工作参数

功率 (W)	雾化室气流 量(L/min)	观测高度 (mm)	泵流量 (mL/min)	等离子体流 量(L/min)	辅助气体流 量(L/min)	积分时 间(s)	观测 方式
1300	0.55	15	1.0	15	0.2	5	径向

表A.2 推荐的分析线

元素	Pd
波长/nm	340.458

附录 B  
(资料性)  
精密度试验原始数据

精密度数据是在2023年多家实验室对钚元素含量的4个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的钚元素含量在重复性条件下独立测定11次。测定的原始数据见表B.1。

表 B.1 精密度试验原始数据

单位 g/t

水平一														
实验室	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	均值	SD%	RSD%
1	225.9	238.8	235.1	225.1	232.2	226.1	234.8	233.4	234.2	227.3	225.0	230.7	4.93	2.14
2	236.4	232.8	237.5	241.8	237.6	235.2	236.3	234.2	241.6	240.2	243.6	237.9	3.45	1.45
3	232.4	233.5	235.9	231.2	239.4	238.8	241.3	247.4	230.5	231.3	233.2	235.9	5.30	2.24
4	228.1	216.6	229.0	232.0	217.8	223.6	219.6	220.6	231.4	224.9	221.2	224.1	5.42	2.42
5	234.7	237.5	238.1	232.8	323.2	233.1	233.3	236.9	234.0	233.9	234.6	234.6	1.99	0.85
6	233.0	242.2	233.1	232.6	232.9	226.7	224.9	232.6	231.1	233.1	240.5	233.0	5.00	2.15
7	233.9	230.7	233.7	234.6	230.3	234.6	236.1	234.3	237.3	236.1	235.3	234.3	2.15	0.92
8	235.7	233.2	241.4	243.7	239.4	236.8	234.3	232.8	242.5	238.7	234.1	237.5	3.87	1.63
9	243.9	240.9	248.5	247.3	250.2	244.5	246.9	249.6	255.3	252.4	246.6	247.8	4.40	1.63
10	233.8	233.8	234.8	241.2	238.9	241.3	242.9	231.2	232.8	233.7	235.2	236.3	4.00	1.69
水平二														
实验室	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	均值	SD	RSD
1	950.0	944.6	953.9	940.5	941.0	948.9	949.5	943.8	952.6	965.4	937.1	947.9	7.87	0.83
2	940.2	942.5	948.6	940.4	944.2	943.8	950.6	946.2	952.6	942.6	953.4	945.9	4.72	0.50
3	940.3	948.3	952.3	956.6	961.3	943.2	946.4	955.3	948.3	946.5	947.8	949.7	6.16	0.65
4	917.7	928.2	904.5	929.4	894.4	912.6	907.4	899.7	900.2	914.4	923.1	912.0	11.86	1.30
5	950.9	945.8	954.5	943.3	944.3	945.5	949.8	946.2	951.5	944.9	948.3	947.7	3.54	0.37
6	958.5	949.1	950.9	947.6	951.8	933.9	939.2	945.2	959.7	959.5	934.3	947.2	8.71	0.92
7	945.3	947.9	950.1	957.2	947.5	943.0	942.1	955.2	949.7	948.2	950.3	948.8	4.58	0.48
8	949.1	944.9	950.3	939.4	946.1	942.9	949.6	936.1	950.3	952.8	953.8	946.8	5.58	0.59
9	953.0	951.9	961.5	966.3	955.4	948.8	965.4	957.2	963.5	962.7	969.6	958.7	5.83	0.61
10	942.3	952.4	945.8	947.3	947.9	942.1	952.5	948.9	950.2	947.5	947.6	947.7	3.42	0.36
水平三														
实验室	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	均值	SD%	RSD%
1	3445.6	3487.2	3485.7	3428.5	3478.9	3475.7	3424.6	3479.3	3480.8	3485.7	3469.0	3460.1	28.79	0.83
2	3450.6	3446.8	3475.3	3452.6	3476.2	3466.8	3464.2	3460.6	3438.8	3466.8	3478.0	3461.5	12.93	0.37
3	3435.6	3458.6	3476.1	3432.1	3429.5	3477.4	3480.1	3453.2	3456.4	3463.2	3445.7	3455.3	18.16	0.53
4	3327.7	3251.3	3334.9	3286.4	3366.6	3417.6	3323.4	3352.4	3350.3	3370.9	3409.5	3344.6	48.71	1.46
5	3469.9	3463.2	3456.9	3453.0	3448.2	3452.4	3469.8	3460.4	3453.2	3468.7	3457.8	3459.4	7.64	0.22
6	3504.1	3511.2	3489.2	3511.3	3532.4	3478.5	3520.1	3513.2	3529.4	3489.4	3478.5	3457.6	12.49	0.36
7	3437.9	3478.7	3481.5	3465.6	3464.2	3470.2	3442.0	3474.6	3432.7	3473.6	3474.0	3505.2	19.02	0.54
8	3327.7	3251.3	3334.9	3286.4	3366.6	3417.6	3323.4	3352.4	3350.3	3370.9	3327.7	3463.2	17.34	0.50

## YS/T 1071—××××

9	3434.6	3420.5	3445.2	3451.3	3440.6	3442.8	3429.6	3442.3	3421.6	3456.4	3452.5	3439.8	12.04	0.35
10	3445.6	3481.2	3464.7	3468.5	3458.2	3445.7	3484.6	3455.3	3440.8	3445.7	3448.8	3458.1	14.98	0.43
水平四														
实验室	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	均值	SD%	RSD%
1	5465.9	5376.3	5345.0	5469.5	5396.7	5349.9	5370.7	5390.2	5454.7	5402.3	5437.0	5403.0	49.02	0.91
2	5370.2	5346.4	5370.6	5460.8	5357.6	5410.8	5402.6	5336.9	5488.5	5368.5	5412.6	5393.2	47.65	0.88
3	5358.3	5351.2	5397.5	5339.3	5362.4	5355.7	5369.5	5379.6	5357.3	5382.5	5343.6	5363.4	17.53	0.33
4	5242.5	5176.7	5147.2	5210.2	5079.4	5164.8	5226.4	5314.9	5189.6	5285.4	5165.5	5200.0	65.96	1.27
5	5418.1	5370.5	5367.5	5381.1	5342.4	5410.1	5333.1	5337.4	5407.9	5418.1	5370.5	5379.7	34.42	0.60
6	5482.0	5438.5	5387.3	5513.1	5301.9	5439.8	5381.2	5369.3	5383.5	5506.7	5292.5	5408.7	74.86	1.38
7	5504.1	5499.3	5438.4	5512.2	5532.4	5406.3	5434.2	5400.1	5476.5	5423.1	5423.9	5459.1	46.89	0.86
8	5242.5	5176.7	5447.2	5210.2	5079.4	5164.8	5226.4	5314.9	5189.6	5285.4	5165.5	5404.7	42.93	0.79
9	5336.4	5355.9	5350.9	5344.0	5348.4	5360.5	5365.3	5356.6	5366.5	5339.6	5358.8	5353.0	10.03	0.19
10	5358.3	5351.2	5367.5	5339.3	5332.4	5335.7	5329.5	5359.6	5347.3	5342.5	5343.6	5346.1	12.06	0.23