



中华人民共和国国家标准

GB/T 30014—2013

废钯炭催化剂化学分析方法 钯量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of spent palladium-carbon—Determination of
palladium—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2013-11-27 发布

2014-08-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准起草单位:徐州浩通新材料科技股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、西北有色金属研究院、北京有色金属研究总院、广州有色金属研究院。

本标准主要起草人:郁丰善、唐晓、向磊、李显、魏礼超、魏云、施意华、卢启余、孙宝莲、李娜、肖红新、王津。

废钯炭催化剂化学分析方法

钯量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本标准规定了活性炭载体废催化剂中钯量的测定方法。

本标准适用于活性炭载体废催化剂中钯量的测定。测定范围为 0.10%~6.00%。

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 方法原理

将废钯炭催化剂用高温灼烧的方法除去其中的活性炭并收集燃烧气体中的含钯微粒,采用甲酸还原氧化钯为金属,王水溶解钯进入溶液,电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定钯的含量。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和二次蒸馏水或相当纯度的水。

4.1 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

4.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

4.3 甲酸($\rho=1.22$ g/mL)。

4.4 盐酸(1+1)。

4.5 甲酸(1+99)。

4.6 氯化钠溶液:(50 g/L)。

4.7 混合酸:盐酸(4.1)与硝酸(4.2)按体积比 3:1 混匀,用时配制。

4.8 瓷舟。

4.9 钯标准贮存溶液:

称取 1.000 0 g 金属钯(质量分数不小于 99.99%),置于 200 mL 烧杯中,加入 40 mL 混合酸(4.7),盖上表面皿,低温加热至完全溶解。用水冲洗表面皿及烧杯壁,加入 1 mL 氯化钠溶液(4.6),低温蒸至湿盐状。加入 5 mL 盐酸(4.1),低温蒸至湿盐状,重复三次,取下。加入 50 mL 盐酸(4.4),低温加热至盐类溶解完全。移入 1 000 mL 容量瓶中,冷至室温,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 000 μ g 钯。

4.10 钯标准溶液:移取 10 mL 钯标准贮存溶液(4.9)至 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 钯。