

附录 A
(资料性附录)

电感耦合等离子体原子发射光谱仪工作参数

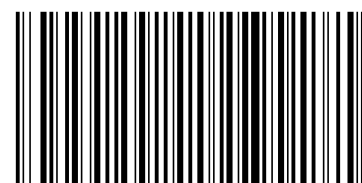
使用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定丁辛醇废催化剂中的铑量,参照表 A.1 的仪器工作条件。

表 A.1 仪器工作参数

观测方式	发射器功率 kW	载气流量 L/min	雾化气流量 L/min	辅助气流量 L/min
轴向	1.30	1.50	0.80	0.20

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

Determination of rhodium in spent oxo—Alcohols catalyst—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry



YS/T 832-2012

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-24567

定价: 14.00 元

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

8 精密度

8.1 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)的情况应不超过5%。重复性限(r)按表1数据采用线性内插法求得。

表 1

铈的质量分数/%	0.035 0	0.100	0.800	2.000
铈的重复性限(r)/%	0.003	0.006	0.010	0.025

8.2 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值不大于再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过5%,再现性限(R)按表2数据采用线性内插法求得。

表 2

铈的质量分数/%	0.035 0	0.100	0.800	2.000
铈的再现性(R)/%	0.005	0.009	0.013	0.028

9 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

中华人民共和国有色金属
行业标准
丁辛醇废催化剂化学分析方法
铈量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法
YS/T 832—2012

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字
2013年3月第一版 2013年3月第一次印刷

*

书号:155066·2-24567 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

6 分析步骤

6.1 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 0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 试料溶液的制备

6.4.1 将试料(6.1)置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 硫酸(3.3),盖上表面皿,于电炉或电热板上加热使试料完全炭化。

6.4.2 取下冷却至室温,逐滴加入 5 mL 过氧化氢(3.2),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(3.2),至烧杯中的溶液呈清亮状态为止。

6.4.3 取下稍冷,加入 10 mL 盐酸(3.5),加热至沸腾。

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

6.5 试料溶液的测定

将制备的试料溶液(6.4.4)和空白试液(6.2)于电感耦合等离子体原子发射光谱仪进行测定。铈的分析线为 343.489 nm。

6.6 工作曲线的绘制

分别移取 0 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL 铈标准溶液(3.9)于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 2.0 mL 硫酸(3.4),以水稀释至刻度,混匀。于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上进行测定。以铈元素浓度为横坐标,测定强度值为纵坐标,绘制工作曲线。工作曲线的相关系数应不小于 0.999 8。

7 分析结果的表述

按式(1)计算铈的质量分数 $w(\text{Rh})$ ：

$$w(\text{Rh}) = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ ——仪器测得试料的铈的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)；

ρ_0 ——仪器测得空白溶液的铈的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)；

V ——试液总体积,单位为毫升(mL)；

m ——试料的质量,单位为克(g)。

分析结果保留至小数点后第三位。

前 言

本标准按照 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、国家有色金属及电子材料分析测试中心、桂林矿产地质研究院、紫金矿业集团股份有限公司。

本标准主要起草人:郁丰善、赵慧、李显、李娜、刘冰心、张丽、唐沈、唐碧玉、蓝美秀、兰美娥、俞金生。