



中华人民共和国国家标准

GB/T 39292—2020

废钯炭分析用取样和制样方法

Method of sampling and sample preparation for analysis of
palladium carbon wastes

2020-11-19 发布

2021-10-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

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:贵研资源(易门)有限公司、有色金属技术经济研究院有限责任公司、陕西瑞科新材料股份有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、江西省汉氏贵金属有限公司、广东省工业分析检测中心、西安凯立新材料股份有限公司。

本标准主要起草人:王欢、鲁俊余、宁显雄、刘文、王淑英、赵雨、李勇、吴喜龙、王金营、周淑雁、郁丰善、陈小兰、罗荣根、史晓妮、黎鹏、王飞、蔡军锋、林翠芳。

废钯炭分析用取样和制样方法

1 范围

本标准规定了废钯炭分析用取样和制样方法的一般流程、总则、取样预处理、取样、研磨渣制样、标记储存等要求。

本标准适用于在石油化工、制药行业、香料工业、染料工业和其他精细化工的加氢还原过程中,因中毒失去催化活性的废钯炭的取样和制样。

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 16297 大气污染物综合排放标准
- GB 18484 危险废物焚烧污染控制标准
- GB 18597 危险废物贮存污染控制标准

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

批量 lot size
一批废钯炭的量。

3.2

取样批 sampling lot
作为一个样品结算单元的一部分废钯炭烧渣。

3.3

焚烧盘 burning dish
用于焚烧废钯炭的盘形容器,由耐 1 150 ℃ 以上高温材料制成。

3.4

焚烧隔间 fire compartment
用于废钯炭自由焚烧的半封闭空间,一般由耐火砖堆砌隔断。

3.5

烧渣 burning cinder
废钯炭经火法焚烧富集后得到的灰分。

3.6

研磨渣 grinding slag
经球磨研细后的废钯炭烧渣。

3.7

烧结金属块 sintered metal block
废钯炭在焚烧过程中由于局部受热过高产生的无法研磨的硬质金属合金块。

3.8

初样品 initial sample

从一批研磨渣中取出的具有代表性并用于制样的少量样品。

3.9

分析用样品 laboratory sample

为送往实验室供分析测试而制备的样品。

4 一般流程

废钹炭取样制样流程如图 1 所示。

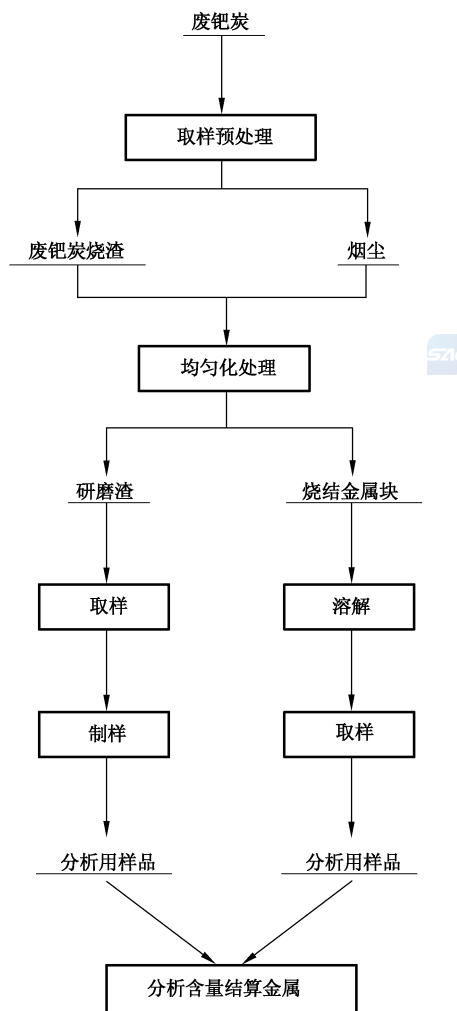


图 1 废钹炭取样制样流程

5 总则

5.1 为防止废钹炭在运输过程中起火,在运输时应采取合理的安全措施。

5.2 废钹炭到达取样地点后应当严格查验危险废物转移联单及其他相关信息。

5.3 废钹炭贮存及作业场地污染防控应符合 GB 18597 规定,火法富集过程的烟气排放应符合 GB 18484

和 GB 16297 的规定。

- 5.4 作业过程中应谨慎操作防止物料散落,佩戴好防护用品,避免高温烫伤及强酸腐蚀。
- 5.5 所用设备、容器、工具及操作场地应保持干燥洁净以免污染样品。
- 5.6 每个批量废钡炭焚烧富集后得到的烧渣按重量 ≤ 50 kg,分为若干取样批分别取样结算金属。
- 5.7 取出的初样品为满足制样需求一般取 300 g~500 g。

6 取样预处理

6.1 备料

一般情况下每个批量的废钡炭按含水量 $< 25\%$ 与含水量 $\geq 25\%$ 分类装盘,盘内物料应摊平均匀分布,离盘上缘口距离不少于 10 cm,铺料厚度不大于 20 cm;其他情况特殊处理。

6.2 烘干

含水量 $< 25\%$ 的废钡炭无需烘干,可直接进入焚烧富集程序。含水量 $\geq 25\%$ 的废钡炭应先经高温焚烧炉将水分烘干至无明显水渍后再进行焚烧富集,烘干时间应根据其水分含量适当调节(见表 1),烘干过程中每隔 30 min 应对焚烧盘内物料缓慢搅拌一次使其受热均匀。

表 1 烘干时间参考表

含水量	烘干温度/ $^{\circ}\text{C}$	烘干时间/h	炉内相对压力/Pa	二燃室温度/ $^{\circ}\text{C}$
25%~30%	300~350	1~2	-40~0	1 100~1 200
$\geq 30\% \sim 40\%$		2~4		
$\geq 40\% \sim 60\%$		4~6		
$\geq 60\%$		6~9		

6.3 焚烧富集

6.3.1 自燃

将焚烧盘转移至专用焚烧隔间内,按 100 kg 物料加入 5 L 无水乙醇的比例,加入无水乙醇后立即用明火引燃,让其自由燃烧。此过程一般持续 24 h~48 h,待燃烧至无明火状态后,再加入约 2 L 无水乙醇让其继续燃烧至无明显火星状态。

6.3.2 预热

将焚烧盘转移至高温焚烧炉内,缓慢升温至 750 $^{\circ}\text{C}$ (升温时间不少于 2 h),此时应有小部分物料开始明火燃烧。

6.3.3 高温焚烧

高温焚烧炉继续升温至 800 $^{\circ}\text{C}$ ~900 $^{\circ}\text{C}$,开始高温焚烧,工艺参数对照见表 2。



表 2 高温焚烧工艺参数对照表

废钹炭性状种类	炉内温度/℃	焚烧时间/h	炉内相对压力/Pa	二燃室温度/℃
质地疏松,密度较小	800~900	2~4	-40~0	1 100~1 200
质地坚硬		5~6		

6.4 焚烧富集物的收集

6.4.1 烧渣的收集

焚烧完毕后冷却炉体至 300℃左右,将焚烧盘转移至干燥、避风环境下,冷却至微热后收集烧渣并保存于专用容器内。粘附在焚烧盘内的烧渣用工具小心剥落,确保物料不残留。

6.4.2 烟尘的收集

焚烧隔间和高温焚烧炉均应采用布袋收尘和喷淋收尘联用的方式收集烟尘,且整个废钹炭烘干及焚烧富集过程中收尘系统应保持全程开启,收集到的烟尘烘干后归拢到烧渣内储存。

6.5 均匀化处理

6.5.1 球磨

按 5.6 的分批原则,将烧渣分为若干取样批后,分别用全封闭干式筒形球磨机研磨。磨球与物料的质量比为 3 : 1,球磨时间 4 h。

6.5.2 筛分

球磨得到的研磨渣用 0.425 mm 标准筛筛分,筛上物用研磨机反复研磨,再次通过 0.425 mm 标准筛,最终无法过筛的烧结金属块则单独收集。

6.5.3 混匀

将筛分后的研磨渣转移到全封闭干式筒形球磨机内再继续球磨 2 h,完毕后转移至储料桶内密封储存。

6.6 称重

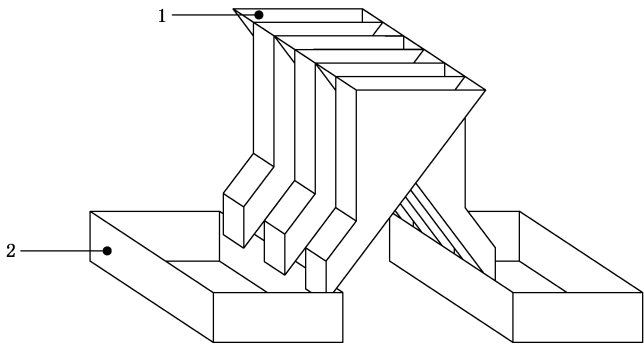
对研磨渣及烧结金属块精确称重并作为交货、收货双方的最终结算的依据。

7 取样

7.1 研磨渣取样

7.1.1 二分法

二分器(见图 2)缩分研磨渣时应选用格槽宽度为 7.5 mm 的型号,对整个取样批的物料逐级缩分,直至初样品重量达到制样需求。

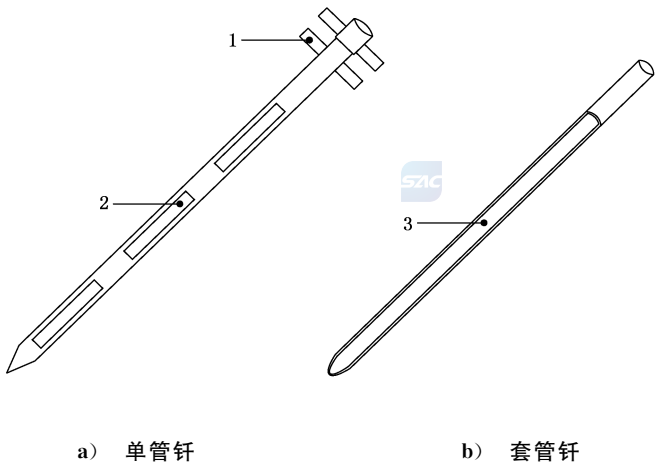


说明：
1——进样格槽；
2——接样盒。

图 2 二分器

7.1.2 钎插法

取样钎有单管和套管两种(见图 3),使用时应根据物料的深度选取合适的尺寸规格。取样时一般先把容器中物料划分为若干相对均匀的网格,再对每一个网格钎插取样后混合为初样品。

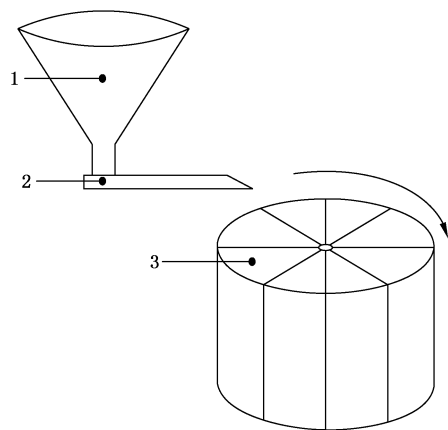


说明：
1——旋转把手；
2——进样孔；
3——进样槽。

图 3 取样钎

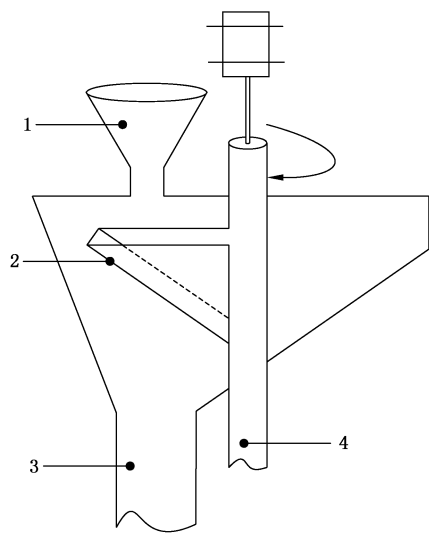
7.1.3 旋转缩分法

旋转缩分装置由电机带动接样斗以一定速度匀速转动,通过给料器匀速输送物料至接样斗上方,物料自由下落到接样斗内达到等比例缩分物料的目的(见图 4 和图 5)。



说明：
1——进样斗；
2——给料器；
3——接样斗。

图 4 旋转缩分机



说明：
1——进料斗；
2——取样斗；
3——下料管；
4——样品出口。

图 5 旋转取样器

7.2 烧结金属块取样

- 7.2.1 烧结金属块使用王水微热溶解,形成清亮的含钯溶液并对其准确称重,该重量作为结算依据。
- 7.2.2 对 7.2.1 溶液充分搅拌均匀,直接用吸量管或移液管吸取少量溶液至样品瓶内得到分析用样品。

8 研磨渣制样

8.1 研磨

用研磨机或玛瑙研钵对 7.1 中取出的初样品充分研磨。

8.2 筛分

研磨后的初样品用 0.106 mm 标准筛筛分,筛上物反复研磨直至全部通过筛网。

8.3 混合

将过筛后的样品转移至适当容量的混样瓶或混样袋内采用人工或机械的方式混匀。

8.4 网格取样

8.4.1 将混合均匀的样品小心倾倒至取样盘中铺平,使用网格布点法将样品划分为 12 个相对均匀的网格(见图 6),分别从每个网格内点取适量样品混合得到分析用样品。分析用样品的量一般为 10 g~20 g 以保证含量测定时的使用量。

8.4.2 重复 8.4.1 操作 3 次,得到的 3 个样品分别用于收货方、交货方、第三方仲裁使用。

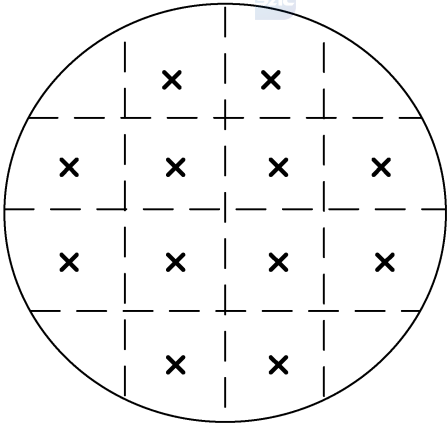


图 6 网格布点示意图

9 标记储存

9.1 标记

分析用样品包装上应至少标注以下信息:

- a) 对应的废钹炭批次编号;
- b) 本样品的重量;
- c) 取样日期。

9.2 储存

分析用样品的封装容器应具有良好的密闭性及避光性,并保存在远离热源的干燥、避光、阴凉处。