

表 1

|                 |    |       |       |
|-----------------|----|-------|-------|
| 铂的质量分数/(g/t)    | 20 | 1 000 | 4 000 |
| 铂的重复性限( $r$ )/% | 1  | 18    | 80    |
| 钯的质量分数/(g/t)    | 20 | 800   | 4 000 |
| 钯的重复性限( $r$ )/% | 1  | 50    | 80    |
| 铑的质量分数/(g/t)    | 20 | 100   | 600   |
| 铑的重复性限( $r$ )/% | 1  | 6     | 18    |

## 9.2 相对允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列相对允许差。

表 2

| 铂质量分数/<br>(g/t) | 铂相对允许差/<br>% | 钯质量分数/<br>(g/t) | 钯相对允许差/<br>% | 铑质量分数/<br>(g/t) | 铑相对允许差/<br>% |
|-----------------|--------------|-----------------|--------------|-----------------|--------------|
| 20~1 000        | 5            | 20~1 000        | 6            | 20~200          | 6            |
| >1 000~5 000    | 3            | >1 000~5 000    | 3            | >200~600        | 4            |



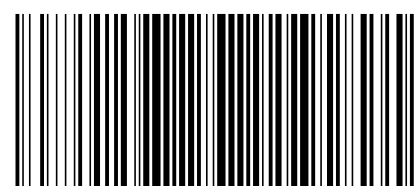
## 中华人民共和国国家标准

GB/T 23277—2009

GB/T 23277—2009

# 贵金属催化剂化学分析方法 汽车尾气净化催化剂中铂、钯、铑量的测定 分光光度法

Chemical analysis methods of catalysts containing precious metals—  
Determination of platinum, palladium and rhodium in automobile  
exhaust-purifying catalysts—Spectrophotometry



GB/T 23277—2009

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-37114

定价: 14.00 元

2009-01-05 发布

2009-11-01 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

中华人民共和国  
国家标准  
贵金属催化剂化学分析方法  
汽车尾气净化催化剂中铂、钯、铑量的测定  
分光光度法

GB/T 23277—2009

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

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 8 千字

2009年6月第一版 2009年6月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-37114 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)68533533

混匀。于30℃~40℃水浴中放置15 min。准确加入10 mL三氯甲烷,振荡萃取1 min,将溶液移入分液漏斗中静置分相,下层有机相放入另一分液漏斗中,加10 mL盐酸(4.3),用力振荡10 s~15 s,用干滤纸吸干漏斗颈中水珠,将有机相放入10 mL干容量瓶中,加无水硫酸钠粉末少许(0.1 g~0.5 g),混匀,待溶液清亮。倒入10 mm吸收皿中,以试剂空白作参比,于选定波长下测定铂、钯有色络合物吸光度差(ΔA)。铂用双波长倍率系数法,ΔA=KA<sub>λ<sub>2</sub></sub>-A<sub>λ<sub>1</sub></sub>(λ<sub>2</sub>=521 nm,λ<sub>1</sub>=500 nm,K=2.429);钯用双波长等吸收法,ΔA=A<sub>λ<sub>2</sub></sub>-A<sub>λ<sub>1</sub></sub>(λ<sub>2</sub>=454 nm,λ<sub>1</sub>=548 nm)。从工作曲线上查得铂、钯量。

7.3.3 铑的测定

7.3.3.1 移取5 mL~10 mL试液于分液漏斗中,加盐酸(4.1)使溶液盐酸浓度为5 mol/L~5.5 mol/L,加0.5 mL碘化钾溶液,1 mL MBT溶液,混匀,放置5 min。加8 mL TBP-CCl<sub>4</sub>混合液振荡萃取1 min,分层后,弃下层有机相,水相中加3 mL四氯化碳,振荡萃取10 s~15 s,弃去下层有机相,水相放入50 mL烧杯中,加0.5 mL过氧化氢,于电热板上加热至近干,加2 mL混合酸,盖上表面皿,加热15 min~20 min,吹洗表面皿,将溶液蒸至近干,加2 mL~3 mL盐酸(4.1)赶硝酸二次,蒸干。

7.3.3.2 加2 mL盐酸(4.1),10 mL水,然后依次加入0.5 mL乙酸、2 mL乙酸铵溶液,4 mL溴化钠溶液,2.5 mL溴化亚锡溶液,1 mL MBT溶液,用玻棒搅匀,盖上表面皿于电热板上加热至沸,立即取下,放入冷水中冷却至室温,将溶液移入分液漏斗中,用水吹洗烧杯一次,然后用8 mL乙酸乙酯分3次洗净烧杯,洗液并入分液漏斗中,振荡萃取30 s,分相后,弃下层水相,用干滤纸吸干漏斗颈中水珠,将有机相放入10 mL干容量瓶中,补加乙酸乙酯至刻度,混匀,加无水硫酸钠粉末少许(0.1 g~0.5 g),混匀,待溶液清亮,以试剂空白萃取液作参比,10 mm吸收皿于波长476 nm处测定吸光度(A),从工作曲线查得铑量。

7.4 工作曲线的绘制

7.4.1 铂、钯工作曲线的绘制:用刻度移液管分别移取0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL铂、钯标准溶液于50 mL比色管中,加水到10 mL刻度,以下按7.3.2进行,以铂、钯量为横坐标,铂、钯吸光度差(ΔA)为纵坐标,绘制工作曲线。

7.4.2 铑工作曲线的绘制:用刻度移液管分别移取0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL铑标准溶液至50 mL烧杯中,各加入2 mL盐酸(4.1),10 mL水,以下按7.3.3.2进行测定,以铑量为横坐标,相应的吸光度值(A)为纵坐标,绘制工作曲线。

8 分析结果的计算

按式(1)计算Pt、Pd、Rh的质量分数w<sub>x</sub>,数值以(g/t)表示:

$$w_x(\text{g/t}) = \frac{m_1 \cdot V_0}{m_0 \cdot V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m<sub>1</sub>——从工作曲线中查得铂、钯、铑量,单位为微克(μg);

V<sub>1</sub>——分取试液体积,单位为毫升(mL);

V<sub>0</sub>——试液总体积,单位为毫升(mL);

m<sub>0</sub>——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果保留至一位小数。

9 精密度

9.1 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。

- 4.18 磷酸三丁酯(TBP)-四氯化碳( $\text{CCl}_4$ )混合液(1+1)。
- 4.19 2-巯基苯并噻唑(MBT)乙醇溶液(0.1 mol/L)。
- 4.20 铂标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 铂丝(Pt 质量分数不小于 99.99%)于 200 mL 高型烧杯中,加入 10 mL 混合酸,盖上表面皿,置于电热板上低温加热溶解。加入 1 mL 氯化钠溶液,低温蒸发至近干,加 3 mL~5 mL 盐酸(4.1)赶硝酸二次。加入 10 mL 盐酸(4.1),移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铂。
- 4.21 铂标准溶液:移取 2.00 mL 铂标准贮存溶液于 100 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸(4.1),用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 20  $\mu\text{g}$  铂。
- 4.22 钯标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 钯片(Pd 质量分数不小于 99.99%)于 200 mL 高型烧杯中,加入 10 mL 混合酸,盖上表面皿,置于电热板上低温加热溶解。加入 1 mL 氯化钠溶液,低温蒸发至近干,加 3 mL~5 mL 盐酸(4.1)赶硝酸二次。加入 10 mL 盐酸(4.1),移入 100 mL 容量瓶中。用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钯。
- 4.23 钯标准溶液:移取 2.00 mL 钯标准贮存溶液于 100 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸(4.1),用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 20  $\mu\text{g}$  钯。
- 4.24 铑标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 海绵铑(Rh 质量分数不小于 99.99%),用 20 mL 盐酸(4.1)与 4 mL 过氧化氢在加钢保护套的聚四氟乙烯溶样罐中,于  $180\text{ }^\circ\text{C}\pm 5\text{ }^\circ\text{C}$  密封溶解完全。取出溶样罐,冷至室温。开罐,将溶液转入 200 mL 烧杯中,加入 1 mL 氯化钠溶液,置于电热板上加热至沸除去氯气。移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铑。
- 4.25 铑标准溶液:移取 2.00 mL 铑标准贮存溶液于 100 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸(4.1),用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 20  $\mu\text{g}$  铑。
- 4.26 聚四氟乙烯溶样罐,容积 30 mL~70 mL。
- 4.27 分液漏斗:60 mL。

## 5 仪器与设备

紫外可见双波长分光光度计。

## 6 试样

样品于烘箱中  $100\text{ }^\circ\text{C}\pm 5\text{ }^\circ\text{C}$  烘干,冷却后磨细至 74  $\mu\text{m}$  左右,混匀。

## 7 分析步骤

### 7.1 试料

称取 1 g 试样,精确至 0.000 1 g。

独立地进行两次测定,取其平均值。

### 7.2 空白试验

随同试料作空白试验。

### 7.3 测定

7.3.1 试液的制备:将试料(7.1)置于聚四氟乙烯溶样罐中,加 15 mL 盐酸(4.1),3 mL 过氧化氢,立即盖上罐内盖,旋紧外盖,放入烘箱中,于  $150\text{ }^\circ\text{C}\pm 5\text{ }^\circ\text{C}$  下加热 8 h 以上。取出,冷却至室温。开罐将溶液及不溶渣全部转入 200 mL 烧杯中,置于电热板上加热至沸除去氯气。用中速定量滤纸过滤,并用水冲洗烧杯、沉淀各 5 次,滤液及洗液收集于 100 mL 容量瓶中,补加 5 mL 盐酸(4.1),用水稀释至刻度。混匀。

7.3.2 铂、钯的测定:移取试液(使铂、钯的量在工作曲线范围内)于 50 mL 比色管中,加水至 10 mL 刻度处,然后加入 5 mL 盐酸(4.1)和 0.6 mL DbDO 溶液,混匀。加 0.75 mL 碘化钾溶液,1 mL Vc 溶液,

## 前 言

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归口。

本标准由贵研铂业股份有限公司、贵研催化剂有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本标准主要起草人:马媛、李振亚、方卫、易秉智、朱武勋、贺东江、向磊。

本标准主要验证人:徐莲、郭玲、俞华英。