

### 尾气净化用金属载体催化剂中铂、 钯和铑量的测定 火焰原子吸收光谱法

Determination of platinum, palladium and rhodium in exhaust purification  
metallic substrate auto-catalysts—Flame atomic absorption spectrometry

中华人民共和国有色金属  
行业标准  
尾气净化用金属载体催化剂中铂、  
钯和铑量的测定 火焰原子吸收光谱法  
YS/T 835—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](http://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 0.75 字数 12 千字  
2013年1月第一版 2013年1月第一次印刷

\*  
书号: 155066·2-24281 定价 16.00 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



YS/T 835-2012

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

附录 A  
(资料性附录)  
仪器测定条件

原子吸收光谱仪(带自动塞曼扣背景)工作参数见表 A.1。

表 A.1 仪器最佳化条件

元素	波长 nm	乙炔气流量 L/min	空气流量 L/min	狭缝 nm	灯电流 mA	燃烧器高度 nm	积分时间 s
Pt	265.9	1.4	15	0.2	10	7.5	5
Pd	247.6	1.5	15	0.4	10	8.0	5
Rh	343.5	1.5	15	0.4	10	7.5	5

## 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。

本标准负责起草单位:桂林矿产地质研究院。

本标准参加起草单位:巴斯夫催化剂(桂林)有限公司、桂林理工大学、广西冶金质检站、中国地质大学(武汉)、广西分析测试研究中心、北京矿冶研究总院。

本标准主要起草人:施意华、卢启余、王晟、叶开富、赖锦秋、熊传信、邓水平、周素莲、黄肇敏、靳兰兰、杨雄飞、张兰、王皓莹、陈殿耿。

## 尾气净化用金属载体催化剂中铂、钯和铑量的测定 火焰原子吸收光谱法

式中：

- $\rho_x$  ——自工作曲线上查得的试液中铂、钯和铑的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )；
- $\rho_0$  ——自工作曲线上查得的空白试液中铂、钯和铑的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )；
- $V_x$  ——测定液体积,单位为毫升(mL)；
- $V_1$  ——分取试液的体积,单位为毫升(mL)；
- $V$  ——试液总体积,单位为毫升(mL)；
- $m$  ——试样的质量,单位为克(g)；
- $k$  ——稀释倍数。

所得结果为质量分数, <math>10 \mu\text{g}/\text{g}</math> 时,结果表示至小数点后两位; <math>10 \mu\text{g}/\text{g} \sim <math>10 \mu\text{g}/\text{g}</math> 时,结果表示至小数点后一位; <math>\leq 100 \mu\text{g}/\text{g}</math> 时,结果取整数。

### 7.2 金属载体中铂、钯和铑总量的计算

金属载体中贵金属总量以  $M_{\text{PGES}}$  计,单位以 mg/pc 表示,按式(2)计算:

$$M_{\text{PGES}} = (w_{\text{Pt}} + w_{\text{Pd}} + w_{\text{Rh}})m \times 10^{-3} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- $M_{\text{PGES}}$  ——每件金属载体中贵金属的总量,单位为毫克每件(mg/pc)；
- $w_{\text{Pt}}$  ——试样中铂的质量分数,单位为微克每克( $\mu\text{g}/\text{g}$ )；
- $w_{\text{Pd}}$  ——试样中钯的质量分数,单位为微克每克( $\mu\text{g}/\text{g}$ )；
- $w_{\text{Rh}}$  ——试样中铑的质量分数,单位为微克每克( $\mu\text{g}/\text{g}$ )；
- $m$  ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果表示方式同 8.1。

## 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 2 数据采用线性内插法求得。

表 2 重复性限

$w_{\text{Pt}}/(\mu\text{g}/\text{g})$	40.1	152	511	952	1 797
$r/(\mu\text{g}/\text{g})$	3.0	9	21	33	63
$w_{\text{Pd}}/(\mu\text{g}/\text{g})$	150	255	571	1 805	3 496
$r/(\mu\text{g}/\text{g})$	11	18	32	65	120
$w_{\text{Rh}}/(\mu\text{g}/\text{g})$	19.3	71.7	252	493	902
$r/(\mu\text{g}/\text{g})$	2.0	5.5	15	25	40

### 8.2 再现性

在再现性条件下获得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再现性限( $R$ ),超过再现性( $R$ )的情况不超过 5%,再现性限( $R$ )按表 3 数据采用线性内插法求得。

### 1 范围

本标准规定了尾气净化用金属载体催化剂中铂、钯和铑量的测定方法。  
本标准适用于新制和失效尾气净化用金属载体催化剂中铂、钯和铑量的测定。  
测定范围:铂量:  $10 \mu\text{g}/\text{g} \sim 2\,000 \mu\text{g}/\text{g}$ ; 钯量:  $10 \mu\text{g}/\text{g} \sim 4\,000 \mu\text{g}/\text{g}$ ; 铑量:  $5 \mu\text{g}/\text{g} \sim 1\,000 \mu\text{g}/\text{g}$ 。

### 2 方法提要

试料采用盐酸-超声波提取,保留滤液,沉淀用过氧化钠熔融-盐酸酸化处理,与滤液合并,作为样品溶液。在盐酸介质中经碲共沉淀富集分离铂、钯和铑,沉淀物用混合酸溶解后,在原子吸收光谱仪最佳条件下测定铂、钯和铑量。

### 3 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蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 氯化钠。
- 3.2 过氧化钠。
- 3.3 盐酸( $\rho 1.19 \text{ g}/\text{mL}$ )。
- 3.4 硝酸( $\rho 1.42 \text{ g}/\text{mL}$ )。
- 3.5 氟硼酸( $\rho 1.32 \text{ g}/\text{mL}$ )。
- 3.6 盐酸(6 mol/L)。
- 3.7 盐酸(2 mol/L)。
- 3.8 混合酸:三单位体积的盐酸(3.3)与一单位体积的硝酸(3.4)混匀,用时配制。
- 3.9 混合酸(1+9):一单位体积的混合酸(3.8)与九单位体积的水混匀,用时配制。
- 3.10 氧化碲溶液(5 g/L):称取 2.5 g 氧化碲溶解于 20 mL 盐酸(3.3)中,用盐酸(3.6)稀释至 500 mL。
- 3.11 氯化亚锡溶液(200 g/L):称取 20 g 氯化亚锡( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )溶解于 100 mL 盐酸(3.6)中,用时配制。
- 3.12 氧化镧溶液(40 g/L):称取 20 g 氧化镧溶解于 60 mL 混合酸(3.8)中,用水稀释至 500 mL,混匀。
- 3.13 铂标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铂(质量分数 $\geq 99.99\%$ )于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 混合酸(3.8),盖上表面皿,在电热板上加热至全部溶解后,冲洗并移去表面皿,加入 0.1 g 氯化钠(3.1),在水浴上蒸干。加入 5 mL 盐酸(3.3)驱赶硝酸,再重复此操作两次。加入 10 mL 盐酸(3.3)和 20 mL 水,加热溶解,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 000  $\mu\text{g}$  铂。
- 3.14 钯标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属钯(质量分数 $\geq 99.99\%$ )置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 混合酸(3.8),盖上表面皿,在电热板上加热至全部溶解后,冲洗并移去表面皿,加入 0.1 g 氯化钠(3.1),在水浴上蒸干。加入 5 mL 盐酸(3.3)驱赶硝酸,再重复此操作两次。加入 10 mL 盐酸(3.3)和 20 mL