



中华人民共和国国家标准

GB/T 38744—2020

机动车尾气净化器中助剂元素化学分析方法 钪、镧、铈、钕、钡、锆含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of synergistic catalysis elements in automotive exhaust catalysis—Determination of cerium, lanthanum, praseodymium, neodymium, barium and zirconium contents—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2020-04-28 发布

2021-03-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

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:贵研铂业股份有限公司、贵研检测科技(云南)有限公司、昆明贵研催化剂有限责任公司、广东省工业分析检测中心、南京市产品质量监督检验院、国标(北京)检验认证有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、长春黄金研究院有限公司、北京有色金属与稀土应用研究所。

本标准主要起草人:任传婷、郑婷婷、方卫、徐光、汪原伊、徐莲、钱海富、王芳、陈小兰、高瑞峰、梅秀明、王乐乐、张林娜、钟康祥、夏珍珠、苏广东、姚芳、王冉。



机动车尾气净化器中助剂元素化学分析方法
铈、镧、镨、钕、钡、锆含量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本标准规定了采用电感耦合等离子体原子发射光谱法对机动车尾气净化器中铈、镧、镨、钕、钡、锆含量进行测定的方法。

本标准适用于汽油车、柴油车及摩托车用尾气净化器中铈、镧、镨、钕、钡、锆含量的测定。测定范围见表 1。

表 1 各元素测定范围

元素	测定范围/%
Ce、Zr	0.10~10.0
La、Pr、Nd、Ba	0.025~5.0

2 方法提要

试料用盐酸、硝酸、过氧化氢、氢氟酸于聚四氟乙烯溶样罐中密闭恒温加热溶解,使用电感耦合等离子体原子发射光谱仪,于各待测元素所对应的波长处测量并计算其质量分数。

3 试剂或材料

除非另有说明,本标准中仅使用确认为优级纯的试剂和相当于一级纯度的水。

- 3.1 盐酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。
- 3.2 硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$)。
- 3.3 过氧化氢(30%)。
- 3.4 氢氟酸(40%)。
- 3.5 盐酸(1+1)。
- 3.6 硝酸(1+1)。
- 3.7 盐酸(1+9)。
- 3.8 盐酸与硝酸的混合酸:3 份盐酸(3.1)、1 份硝酸(3.2)、4 份水配制而成,用时现配。
- 3.9 铈标准贮存溶液:称取 0.122 8 g 经 850 °C 灼烧过的高纯二氧化铈(CeO_2),置于烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.6),并缓慢加入 2 mL 过氧化氢,低温加热至溶解。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 μg 铈。
- 3.10 镧标准贮存溶液:称取 0.117 3 g 经 850 °C 灼烧过的高纯三氧化二镧(La_2O_3),置于烧杯中,用水润湿,加入 20 mL 盐酸(3.5),低温加热至溶解。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 μg 镧。

3.11 镨标准贮存溶液:称取 0.120 8 g 高纯氧化镨(Pr_6O_{11}),置于烧杯中,加入 30 mL 盐酸与硝酸的混合酸(3.8),低温加热至溶解。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 μg 镨。

3.12 钕标准贮存溶液:称取 0.116 6 g 高纯三氧化二钕(Nd_2O_3),置于烧杯中,加入 40 mL 盐酸(3.5),低温加热至溶解。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 μg 钕。

3.13 钡标准贮存溶液:称取 0.143 7 g 经 105 $^{\circ}\text{C}$ 干燥 2 h 的高纯碳酸钡(BaCO_3),置于烧杯中,加入水及 20 mL 硝酸(3.6),低温加热至溶解。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 μg 钡。

3.14 锆标准贮存溶液:称取 0.135 1 g 高纯二氧化锆(ZrO_2),置于聚四氟乙烯烧杯中,加入 5 mL 氢氟酸,盖上烧杯盖,加热至溶解后,移去烧杯盖冒烟至烧杯内溶液为 0.5 mL 左右,加入 20 mL 硝酸(3.6),冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。混匀后立即转移至 100 mL 塑料瓶中保存。此溶液 1 mL 含 1 000 μg 锆。

3.15 混合标准溶液 I:分别移取 10.00 mL 铈、锆标准贮存溶液(3.9、3.14),置于 100 mL 容量瓶中,用盐酸(3.7)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100.00 μg 铈、锆。

3.16 混合标准溶液 II:分别移取 5.00 mL 镧、镨、钕、钡标准贮存溶液(3.10~3.13),置于 100 mL 容量瓶中,用盐酸(3.7)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 50.00 μg 镧、镨、钕、钡。

3.17 氩气(体积分数 $\geq 99.99\%$)。

4 仪器

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

——在仪器的最佳工作条件下,用 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的铜标准溶液测量 11 次,其光强度的相对标准偏差不超过 2.5%。

——仪器工作条件参见附录 A。

5 试样

样品烘干、粉碎、混匀。粒度应不大于 0.074 mm。

6 试验步骤

6.1 试料

称取 0.10 g 试样,精确至 0.000 1 g。

6.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 30 mL 体积的聚四氟乙烯消化罐中,加入 12 mL 盐酸(3.1)、3 mL 硝酸(3.2)、2 mL 过氧化氢(3.3)、0.3 mL(约 8 滴)氢氟酸(3.4),旋紧盖子,放入恒温 150 $^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中溶解 12 h。取

出,冷却至室温后开罐,将其中的试样用蒸馏水全部转移入 200 mL 烧杯中,在电炉上蒸至约 10 mL,移入 100 mL 容量瓶中,并用盐酸(3.7)稀释至刻度,混匀。

6.4.2 配制方法:

STD-1:分别移取 1.00 mL 混合标准溶液 I (3.15)、0.50 mL 混合标准溶液 II (3.16)至 100 mL 容量瓶中,用盐酸(3.7)稀释至刻度,混匀。

STD-2:分别移取 5.00 mL 混合标准溶液 I (3.15)和 5.00 mL 混合标准溶液 II (3.16)至 100 mL 容量瓶中,用盐酸(3.7)稀释至刻度,混匀。

STD-3:分别移取 2.00 mL 铈、锆标准贮存溶液(3.9、3.14),1.00 mL 镧、镨、钕、钡标准贮存溶液(3.10~3.13)至 100 mL 容量瓶中,用盐酸(3.7)稀释至刻度,混匀。

STD-4:分别移取 5.00 mL 铈、锆标准贮存溶液(3.9、3.14),2.50 mL 镧、镨、钕、钡标准贮存溶液(3.10~3.13)至 100 mL 容量瓶中,用盐酸(3.7)稀释至刻度,混匀。

STD-5:分别移取 10.00 mL 铈、锆标准贮存溶液(3.9、3.14),5.00 mL 镧、镨、钕、钡标准贮存溶液(3.10~3.13)至 100 mL 容量瓶中,用盐酸(3.7)稀释至刻度,混匀。

6.4.3 工作曲线的绘制:配制如表 2 的标准溶液。在选定好的 ICP-AES 仪器条件下制作工作曲线。每个元素工作曲线线性相关系数均应 $\geq 0.999\ 5$ 。

表 2 混合标准溶液的浓度和元素(10%**HCl** 介质) 单位为微克每毫升

标准溶液	Ce	Zr	La	Pr	Nd	Ba
STD-1	1.00	1.00	0.25	0.25	0.25	0.25
STD-2	5.00	5.00	2.50	2.50	2.50	2.50
STD-3	20.0	20.0	10.0	10.0	10.0	10.0
STD-4	50.0	50.0	25.0	25.0	25.0	25.0
STD-5	100.0	100.0	50.0	50.0	50.0	50.0

6.4.4 测定分析试液(6.4.1)及空白溶液。仪器根据标准工作曲线,进行消除背景干扰,校正光谱干扰,计算并输出各元素含量。

7 试验数据处理

按公式(1)计算各元素的质量分数 $w_{(x)}$,数值以%表示:

$$w_{(x)} = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V}{m_0 \times 10^6} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $w_{(x)}$ ——分别为铈、镧、镨、钕、钡、锆的质量分数,%;
- ρ_1 ——试料溶液中被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- ρ_0 ——空白试料中被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V ——试液总体积,单位为毫升(mL);
- m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

分析结果小于 1.00%,保留两位有效数字;大于或等于 1.00%,保留两位小数。

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,在表 3 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 3 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 3 重复性限

Ce	质量分数/%	0.106	2.16	9.41
	r /%	0.006	0.13	0.50
La	质量分数/%	0.044	0.40	4.29
	r /%	0.003	0.02	0.24
Pr	质量分数/%	0.041	0.36	4.67
	r /%	0.002	0.02	0.30
Nd	质量分数/%	0.046	0.37	4.80
	r /%	0.003	0.02	0.31
Ba	质量分数/%	0.037	0.30	3.50
	r /%	0.003	0.03	0.22
Zr	质量分数/%	0.24	2.10	8.96
	r /%	0.02	0.11	0.35

8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在表 4 给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对值不超过再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过 5%。再现性限(R)按表 4 采用线性内插法或外延法求得。

表 4 再现性限

Ce	质量分数/%	0.106	2.16	9.41
	R /%	0.009	0.23	0.67
La	质量分数/%	0.044	0.40	4.29
	R /%	0.005	0.04	0.36
Pr	质量分数/%	0.041	0.36	4.67
	R /%	0.004	0.03	0.46
Nd	质量分数/%	0.046	0.37	4.80
	R /%	0.004	0.04	0.40
Ba	质量分数/%	0.037	0.30	3.50
	R /%	0.004	0.04	0.30
Zr	质量分数/%	0.24	2.10	8.96
	R /%	0.03	0.17	0.39

9 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面内容：

- a) 试样；
- b) 使用的标准(包括发布或出版年号)；
- c) 使用的方法(如果标准中包括几个方法)；
- d) 分析结果及其表示；
- e) 与基本分析步骤的差异；
- f) 测定中观察到的异常现象；
- g) 试验日期。

库七七 www.k99w.com 提供下载



附 录 A
(资料性附录)
推荐的仪器工作条件

推荐仪器工作参数见表 A.1,分析线见表 A.2。

表 A.1 仪器工作参数

功率 W	雾化室气流量 L/min	观测高度 mm	泵流量 mL/min	等离子体流量 L/min	辅助气体流量 L/min	积分时间 s	观测 方式
1 300	0.80	15	1.50	15	0.2	5	径向

表 A.2 推荐的分析线

元素	波长/nm	元素	波长/nm
La	379.478	Ce	413.764
Pr	414.311	Nd	430.358
Ba	230.425	Zr	339.197