发布

中华人民共和国国家技术监督检验检疫总局

国家标准化管理委员会

××××-××-××实施

××××-××-××发布

机动车尾气净化器中助剂元素化学分析方法

 Ce、Zr、La、Pr、Ba、Nd的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Method for chemical analysis of automotive exhaust catalysis -

Determination of cerium, zirconium,lanthanum, praseodymium, barium, neodymium -

Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

（预审稿）

GB/T ××××—××××

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.99

H 68

1. 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/TC243）归口。

本标准负责起草单位：贵研铂业股份有限公司，贵研检测科技（云南）有限公司。

本标准参加起草单位：贵研催化剂有限责任公司，国合通用测试评价认证股份公司，广东省工业分析检测中心，南京市产品质量监督检验院，福建紫金矿冶测试技术有限公司，长春黄金研究院有限公司，河南中原黄金冶炼厂，北京有色金属与稀土应用有限公司。

本标准主要起草人：任传婷、方卫、徐光、汪原伊...

**机动车尾气净化器中助剂元素化学分析方法**

 **Ce、Zr、La、Pr、Ba、Nd的测定**

**电感耦合等离子体原子发射光谱法**

1 范围

本标准规定了机动车尾气净化器中Ce、Zr、La、Pr、Ba、Nd的测定方法。

本标准适用于汽油车、柴油车及摩托车用尾气净化器中Ce、Zr、La、Pr、Ba、Nd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 | 0.1～10% |
| La、Pr、Ba、Nd | 0.05～5.0% |

2 方法提要

试料用盐酸、硝酸、过氧化氢、氢氟酸（HCl+HNO3+H2O2+HF）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 试剂和材料

除非另有说明，本标准中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（ρ1.19 g/ mL）。

3.2硝酸（ρ1.42 g/mL）。

3.3过氧化氢（30%，v/v）。

3.4 氢氟酸（40%，v/v）

3.5盐酸（1+9）。

3.6 盐酸（1+1）。

3.7 硝酸（1+1）。

3.8 王水（1+1）。

3.9 镧标准贮存溶液：准确称取0.1173g经850℃灼烧过的高纯三氧化二镧（La2O3），置于烧杯中，用水润湿，加入20mL盐酸（3.6），低温加热至溶解。冷却后移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1.000mg镧。

3.10 镨标准贮存溶液：准确称取0.1208g高纯氧化镨（Pr6O11），置于烧杯中，加入30mL王水（3.8），低温加热至溶解。冷却后移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1.000mg镨。

3.11 钕标准贮存溶液：准确称取0.1166g高纯三氧化二钕（Nd2O3），置于烧杯中，加入40mL盐酸（3.6），低温加热至溶解。冷却后移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1.000mg钕。

3.12 钡标准贮存溶液：准确称取0.1437g经105℃干燥2h的高纯碳酸钡（BaCO3），置于烧杯中，加入水及20mL硝酸（3.7），低温加热至溶解。冷却后移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1.000mg钡。

3.13 铈标准贮存溶液：准确称取0.1228g经850℃灼烧过的高纯二氧化铈（CeO2），置于烧杯中，加入20mL硝酸（3.7），并缓慢加入2mLH2O2，低温加热至溶解。冷却后移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1.000mg铈。

3.14 锆标准贮存溶液：准确称取0.1351g高纯二氧化锆（ZrO2），置于聚四氟乙烯烧杯中，加入5mL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0.5mL左右，加入20mL硝酸（3.7），冷却后移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。摇匀后立即转移至100mL塑料瓶中保存。此溶液1mL含1.000mg锆。

3.15 混合标准溶液：分别移取10.00mL标准贮存溶液（.3.13、3.14）、5.00mL标准贮存溶液（3.9～3.12），置于100mL容量瓶中，用盐酸（3.5）稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含100.00µg铈、锆，50.00µg镧、镨、钕、钡。

3.16氩气（体积分数≥99.99%）。

4 仪器

4.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

4.1.1 仪器工作条件参见附录A。

4.1.2在仪器最佳工作条件下凡是能达到下列指标者均可使用：

——光源：氩等离子体光源，发生器最大输出功率不小于1.3kW。

——分辨率：200nm时光学分辨率不大于0.010nm；400nm时光学分辨率不大于0.020nm。

——仪器稳定性：仪器1h内漂移不大于2.0%。

——仪器检出限：各测定元素仪器的检出限应不大于0.1µg/mL。

5 试样

样品充分混匀。

6 分析步骤

6.1试料

称取0.1g试样，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测定

6.4.1试料溶液的制备：将试料（6.1）置于放入30 mL体积的聚四氟乙烯消化罐中，加入15 mL盐酸（3.1）+3mL硝酸（3.2）+2mL过氧化氢（3.3）+0.3mL（约8滴）氢氟酸（3.4），旋紧盖子，放入恒温150℃的烘箱中溶解12小时。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，在电炉上蒸发至约20 mL体积，用盐酸（3.5）移入100 mL容量瓶中，定容，混匀。

6.4.2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。每个元素工作曲线相关系数均应≥0.9995。

表2 混合标准溶液的浓度和元素（10%HCl介质，单位：µg/mL）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素标准号 | Ce | Zr | La | Pr | Nd | Ba |
| STD-1 | 1.00 | 1.00 | 0.500 | 0.500 | 0.500 | 0.500 |
| STD-2 | 10.0 | 10.0 | 5.00 | 5.00 | 5.00 | 5.00 |
| STD-3 | 50.0 | 50.0 | 25.0 | 25.0 | 25.0 | 25.0 |
| STD-4 | 100.0 | 100.0 | 50.0 | 50.0 | 50.0 | 50.0 |

配制方法：

STD-1：移取1.00mL混合标准溶液（3.15）至100mL容量瓶中，用盐酸（3.5）稀释至刻度，摇匀。

STD-2：移取10.00mL混合标准溶液（3.15）至100mL容量瓶中，用盐酸（3.5）稀释至刻度，摇匀。

STD-3：分别移取5.00mL铈、锆标准贮存溶液（3.13、3.14），2.50mL镧、镨、钕、钡标准贮存溶液（3.9～3.12）至100mL容量瓶中，用盐酸（3.5）稀释至刻度，摇匀。

STD-4：分别移取10.00mL铈、锆标准贮存溶液（3.13、3.14），5.00mL镧、镨、钕、钡标准贮存溶液（3.9～3.12）至100mL容量瓶中，用盐酸（3.5）稀释至刻度，摇匀。

6.4.3测定试料溶液（6.4.1）及空白溶液。仪器根据标准化工作曲线，扣除合适的背景点，计算并输出测试结果。

7 分析结果的计算

按公式（1）计算各杂质元素的质量分数*w(x)*，数值以%表示：

*w(x)＝*………………………………(1)

式中：

*w(X)*――分别为镧、铈、镨、钕、钡、锆的质量分数，%；

――空白试料中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

――试料溶液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*V* ――试液总体积，单位为毫升（mL）；

**――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2数据采用线性内插法或外延法求得：

表3重复性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| La | 质量分数/% | 0.044 | 0.39 | 4.31 |
| r/% | 0.001 | 0.01 | 0.17 |
| Ce | 质量分数/% | 0.11 | 2.19 | 9.52 |
| r/% | 0.01 | 0.05 | 0.60 |
| Pr | 质量分数/% | 0.039 | 0.36 | 4.75 |
| r/% | 0.001 | 0.01 | 0.26 |
| Nd | 质量分数/% | 0.046 | 0.37 | 4.89 |
| r/% | 0.001 | 0.01 | 0.24 |
| Ba | 质量分数/% | 0.037 | 0.31 | 3.56 |
| r/% | 0.001 | 0.03 | 0.19 |
| Zr | 质量分数/% | 0.24 | 2.13 | 9.04 |
| r/% | 0.02 | 0.05 | 0.22 |

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3给出的平均值范围內，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采用线性內插法或外延法求得：

表4再现性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| La | 质量分数/% | 0.044 | 0.39 | 4.31 |
| r/% |  |  |  |
| Ce | 质量分数/% | 0.11 | 2.19 | 9.52 |
| r/% |  |  |  |
| Pr | 质量分数/% | 0.039 | 0.36 | 4.75 |
| r/% |  |  |  |
| Nd | 质量分数/% | 0.046 | 0.37 | 4.89 |
| r/% |  |  |  |
| Ba | 质量分数/% | 0.037 | 0.31 | 3.56 |
| r/% |  |  |  |
| Zr | 质量分数/% | 0.24 | 2.13 | 9.04 |
| r/% |  |  |  |

9 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试样；

——使用的标准；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。

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 |
| 1300 | 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 |