

ICS 71.040.40

H 15

中华人民共和国国家质量监督
检验检疫总局备案号：44548-2015

DB53

云南省地方标准

DB53/T 665—2015

精细化工废催化剂不溶渣化学分析方法 铂、钯、铑量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

2015 - 01 - 15 发布

2015 - 03 - 15 实施

云南省质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准由贵研资源（易门）有限公司提出。

本标准由云南省检验检测标准化技术委员会(YNTC17)归口。

本标准负责起草单位：贵研资源（易门）有限公司。

本标准参加起草单位：昆明冶金研究院。

本标准主要起草人：刘伟、肖雄、赵雨、贺小塘、刘文、李勇、李红梅、鲁俊余、马王蕊、林波、金云杰、崇彪、罗仙、马尊敏、程婧娴、王劲榕、朱利亚。

精细化工废催化剂不溶渣化学分析方法

铂、钯、铑量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

1 范围

本标准规定了精细化工废催化剂不溶渣中铂、钯、铑测定的方法提要、试剂与材料、仪器与设备、分析步骤、结果计算、精密度等内容。

本标准适用于 Pt/C、Pd/C、Rh/C、PtCl₂-CuCl₂、PdCl₂-CuCl₂、RhI₃、RhOPAC、HRhCO (PPh₃)₃ 精细化工废催化剂不溶渣中铂、钯、铑量的测定。测定范围：0.040%~1.00%。

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，仅所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/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 方法提要

试料用过氧化钠熔融。于约 4 mol/L 盐酸介质中，以碲共沉淀富集铂、钯、铑，用盐酸与硝酸混合酸溶解碲富集物。于稀盐酸介质中，电感耦合等离子体发射光谱仪测定，计算铂、钯、铑的质量分数。

4 试剂与材料

除非另有说明，分析中所使用试剂应符合 GB/T 603 中分析纯的规定、试验用水应符合 GB/T 6682 中二级水的规定。

4.1 过氧化钠。

4.2 过氧化氢（30%，V/V）。

4.3 盐酸（ ρ 1.19 g/mL）。

4.4 硝酸（ ρ 1.42 g/mL）。

4.5 盐酸与硝酸混合酸：（3+1），用时现配。

4.6 盐酸（3+7）。

4.7 盐酸（1+9）。

4.8 碲溶液（2.5 mg/mL）：称取 1.25 g 金属碲于 200 mL 烧杯中，加入 6 mL 盐酸（4.3）、3 mL 硝酸（4.4），盖上表面皿，低温溶解至完全，并蒸至近干。取下，加入 5 mL 盐酸（4.3），蒸至近干，反复 3 次。取下，冷却，用水吹洗表面皿，用盐酸（4.6）转入 500 mL 容量瓶中，并稀释至刻度，混匀。

4.9 二氯化锡溶液（1 mol/L）：称取 22.6 g 二氯化锡（SnCl₂·2H₂O）于 150 mL 烧杯中，加入 30 mL 盐酸（4.3），低温溶解至溶液清亮。取下，冷却，转入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.10 铂标准贮存溶液：称取 0.1000 g 金属铂（质量分数不小于 99.99%），置于聚四氟乙烯消解罐中，加入 15 mL 盐酸（4.3）、5 mL 过氧化氢（4.2），于 150 °C ± 5 °C 烘箱中溶解 8 h。取出，冷却，转入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1000 µg 铂。或采用国家标准贮存溶液（1000 µg/mL，10%盐酸）。

4.11 钯标准贮存溶液：称取 0.1000 g 金属钯（质量分数不小于 99.99%），置于 250 mL 烧杯中，加入 5 mL 盐酸（4.3）、1 mL 硝酸（4.4），盖上表面皿，低温溶解至完全。取下，冷却，用水冲洗表面皿及杯壁，加入 10 mL 盐酸（4.3），转入 100 mL 容量瓶，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1000 µg 钯。或采用国家标准贮存溶液（1000 µg/mL，10%盐酸）。

4.12 铑标准贮存溶液：称取 0.1000 g 海绵铑[已于 800 °C 氢还原 2 h（质量分数不小于 99.99%）]，置于聚四氟乙烯消解罐中，加入 15 mL 盐酸（4.3）、5 mL 过氧化氢（4.2），于 150 °C ± 5 °C 烘箱中溶解 48 h。取出，冷却，转入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1000 µg 铑。或采用国家标准贮存溶液（1000 µg/mL，10%盐酸）。

4.13 铂、钯、铑标准混合溶液：分别移取 10.00 mL 铂标准贮存溶液（4.10）、钯标准贮存溶液（4.11）、铑标准贮存溶液（4.12）于 100 mL 容量瓶中，用盐酸（4.7）稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 分别含 100 µg 铂、钯、铑。

4.14 氩气，纯度不小于 99.999%。

4.15 高铝坩埚（容积，30 mL）。

4.16 玻砂漏斗（规格，G 3；容积，60 mL）。

5 仪器与设备

5.1 电感耦合等离子体发射光谱仪。在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

5.1.1 光源。

氩等离子体光源，发生器最大输出功率不小于 1.3 kW。

5.1.2 分辨率

200 nm 左右时的光学分辨率不大于 0.010 nm；400 nm 左右时的光学分辨率不大于 0.020 nm；或倒线色散率不大于 0.40 nm。

5.1.3 仪器稳定性

仪器 1 h 内稳定性（RSD）小于 2.0%。

5.2 分析天平，感量：0.1 mg 和 0.01 mg。

6 试样

试样制备均匀，粒度应不大于 0.074 mm，于 100 °C ± 5 °C 烘箱中烘 2 h，置于干燥器中冷却后，待用。

7 分析步骤

7.1 试料

称取 0.50 g 试样，精确至 0.0001 g。

7.2 测定次数

独立地进行二次测定，取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 试料溶液的制备

7.4.1 于高铝坩埚底部均匀铺约 2 g 过氧化钠 (4.1)，称取试料 (7.1)，搅拌，再加入约 2 g 过氧化钠 (4.1) 覆盖于表面，于 700 ℃±5 ℃马弗炉中放置熔融 15 min。取出，冷却，置于 400 mL 烧杯中，加入约 100 mL 水，盖上表面皿，待反应停止。用水吹洗表面皿，用盐酸(4.7)洗净高铝坩埚内、外壁，加入 30 mL 盐酸 (4.3)，置于电炉上加热至溶液清亮。取下，冷却，转入 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

7.4.2 移取 25 mL 试液 (7.4.1) 于 250 mL 烧杯中，加入 30 mL 盐酸 (4.3)，加入水至约 150 mL，加入 10 mL 碲溶液 (4.8)，加热至微沸，滴加 4 mL 二氯化锡溶液 (4.9)，盖上表面皿，微沸 30 min，至沉淀絮凝，溶液清亮。取下，用水吹洗表面皿，用玻砂漏斗趁热过滤，用热水 (70 ℃±2 ℃) 洗涤烧杯及沉淀各 3~5 次，弃去滤液。用约 8 mL 热盐酸与硝酸混合酸 (4.5) 溶解沉淀于原烧杯中，再用水洗涤玻砂漏斗 3~5 次，溶液接于原烧杯中，盖上表面皿，低温蒸至湿盐状。取下，冷却，用水吹洗表面皿，加入 5 mL 盐酸 (4.3)，转入 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

7.5 标准溶液的配制

分别移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、25.00 mL 铂、钯、铑标准混合溶液(4.13)，置于一组 100 mL 容量瓶中，用盐酸(4.7)稀释至刻度，混匀。得到 0.00 μg/mL、0.50 μg/mL、1.00 μg/mL、5.00 μg/mL、10.00 μg/mL、25.00 μg/mL 系列标准溶液。

7.6 测定

7.6.1 仪器工作条件。

推荐使用的仪器工作条件见表 1。推荐的分析线为铂 (Pt) 265.945 nm、钯 (Pd) 340.485 nm、铑 (Rh) 343.489 nm。

表1 仪器工作条件

功率 /kW	雾化室气流量 /(L/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	观测高度 /mm	泵流量 /(mL/min)
1.3	0.80	15	0.2	5	径向	15	1.50

7.6.2 于电感耦合等离子体发射光谱仪上，在仪器运行稳定后，在选定的仪器工作条件下，用配制好的标准溶液 (7.5) 进行标准化，铂、钯、铑工作曲线相关系数不小于 0.9999，否则需重新进行标准化或重新配制标准溶液进行测定。

7.6.3 测定分析试液 (7.4) 和空白试验溶液 (7.3)。仪器根据标准工作曲线，自动进行数据处理，计算并输出铂、钯、铑含量。

8 结果计算

按公式 (1) 计算铂、钯、铑的质量分数，数值按 GB/T 8170 表示和判定。

$$\omega = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V \cdot V_1}{m_0 \cdot V_2 \times 10^6} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- ω ——试样中铂、钯、铑的质量分数，单位为百分比（%）；
- ρ_1 ——自工作曲线上查得铂、钯、铑的测定浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
- ρ_0 ——自工作曲线上查得空白溶液的测定浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
- V ——试液总体积，单位为毫升（mL）；
- V_1 ——测定溶液体积，单位为毫升（mL）；
- V_2 ——分取试液体积，单位为毫升（mL）；
- m_0 ——试料的质量，单位为克（g）。

所得结果小于1.00%时，表示至小数点后三位。

9 精密度

9.1 重复性限

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

铂的质量分数/%	铂的重复性限（r）/%	钯的质量分数/%	钯的重复性限（r）/%	铑的质量分数/%	铑的重复性限（r）/%
0.065	0.003	0.045	0.002	0.054	0.002
0.133	0.006	0.380	0.012	0.113	0.005
0.365	0.012	0.590	0.015	0.384	0.012

9.2 相对允许差

两个实验室之间分析结果的差值应不大于表3所列相对允许差。

表3 相对允许差

铂、钯、铑的质量分数/%	相对允许差/%
0.040~0.500	5
> 0.500~1.00	3

10 试验报告

- 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。

