



中华人民共和国汽车行业标准

QC/T XXXX—XXXX

摩托车金属载体催化器贵金属涂覆量测量
方法

The test method of precious metal coating amount for metal support catalytic
converter for motorcycle and moped

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 方法原理	1
5 试剂和材料	2
6 仪器和设备	2
7 试液制备	3
8 分析测试	4
9 结果计算	5

前 言

本标准由全国汽车标准化技术委员会提出。

本标准由全国汽车标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位：天津摩托车技术中心，上海机动车检测中心。

本标准参加起草单位：巴斯夫催化剂(桂林)有限公司。

本标准主要起草人：

摩托车金属载体催化器贵金属涂覆量测量方法

警告：使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了摩托车和轻便摩托车用金属载体催化转化器中贵金属铂（Pt）、钯（Pd）、铑（Rh）涂覆量的电感耦合等离子体发射光谱（ICP-OES/AES）、电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）、原子吸收光谱（AAS）的测定方法。

本标准也可适用于四轮全地形车、小型通用汽油机等用金属载体催化转化器的贵金属涂覆量测定。

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件或其中的条款，凡是不注日期的引用文件，其有效版本均适用于本标准。

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

JJG 694 原子吸收分光光度计

JJG 768 发射光谱仪

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1 催化转化器catalytic converter

采用催化剂降低排气中碳氢化合物、一氧化碳和氮氧化物的装置。主要由壳体、载体和催化剂等组成。

3.2 贵金属催化剂noble metal catalyst

活性材料由铂、钯、铑等贵金属组成的催化剂。

3.3 电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES/AES）

样品由载气带入雾化系统进行雾化后，以气溶胶形式进入等离子体的轴向通道，在高温和惰性气体中被充分蒸发、原子化、电离和激发，发射出的所含元素的特征谱线经分光系统进入光谱检测器，光谱检测器依据元素特征光谱进行定性、定量的分析。在一定浓度范围内，元素特征谱线上的响应值与其浓度成正比。

3.4 电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）

样品由载气带入雾化系统进行雾化后，以气溶胶形式进入等离子体的轴向通道，在高温和惰性气体中被充分蒸发、解离、原子化和电离，转化成的带电荷的正离子经离子采集系统进入质谱仪，质谱仪根据离子的质荷比即元素的质量数进行分离并定性、定量的分析。在一定浓度范围内，元素质量数上的响应值与其浓度成正比。

3.5 原子吸收光谱法（AAS）

利用待测元素的气态原子对不同波长光吸收的选择性，将试液吸入雾化系统，在高温中生成该元素的基态原子，原子吸收特征波长光而跃迁至激发态，由检测器测得特征谱线被减弱的程度，求得试液中待测元素的含量，在符合朗伯-比尔定律的浓度范围内，特征光的吸收程度与待测元素浓度成正比。

4 方法原理

催化转化器中铂（Pt）、钯（Pd）、铑（Rh）涂覆量的测定方法主要包含两部分：试液制备和试液分析。其中，试液制备采用将样品芯材全部溶解的方法，首先使用盐酸溶液将样品芯材溶解，使其中催化剂涂层与金属基体分离并收集，再使用过氧化钠进行熔解。转化成溶液后，取部分溶液使用碲（Te）共沉淀富集出其中的贵金属，将含有贵金属的沉淀物使用王水溶解处理后，采用电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES/AES）、电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）或原子吸收光谱法（AAS）进行分析，测定试液中铂（Pt）、钯（Pd）、铑（Rh）的含量。

5 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯化学试剂。

- 5.1 乙炔气：高纯气（纯度不低于 99.99%）
- 5.2 氩气：高纯气（纯度不低于 99.99%）
- 5.3 Pt、Pd、Rh 标准溶液（浓度：1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）
- 5.4 盐酸（HCl）：质量分数 36.0%–38.0%
- 5.5 硝酸（HNO₃）：质量分数 65.0%–68.0%
- 5.6 氟硼酸（HBF₄）含量不低于 40%
- 5.7 过氧化钠（Na₂O₂）：含量不低于 92.5%
- 5.8 氯化亚锡（SnCl₂·2H₂O）：含量不低于 98.0%
- 5.9 氧化镧（La₂O₃）：高纯 含量不低于 99.99%
- 5.10 氯化镧溶液：132.84g 的氧化镧（5.9）溶入 300mL 的盐酸（5.4）中，用水（5.15）稀释到 1000mL。
- 5.11 二氧化碲 TeO₂：高纯：含量不低于 99.99%
- 5.12 氯化碲溶液：1.25g 二氧化碲（5.11）溶入 90mL 盐酸（5.4）中，用水（5.15）稀释到 100mL。
- 5.13 氯化亚锡溶液：28g 氯化亚锡（5.8）溶入 80mL 盐酸（5.4）中，用水（5.15）稀释到 100mL。
- 5.14 王水：1 单位体积盐酸（5.4）与 1 单位体积硝酸（5.5）混合
- 5.15 水：GB/T 6682，二级水或三级水。在本标准中，除特殊要求外，所有用水均指三级水。
- 5.16 盐酸溶液
 - A) 1:1 盐酸溶液：1 单位体积的盐酸（5.4）与 1 单位体积的水（5.15）混合。
 - B) 1:3 盐酸溶液：1 单位体积的盐酸（5.4）与 3 单位体积的水（5.15）混合。
 - C) 1:9 盐酸溶液：1 单位体积的盐酸（5.4）与 9 单位体积的三级水（5.15）混合。

6 仪器和设备

- 6.1 电子天平：分度值 $\leq 0.01\text{g}$
- 6.2 电感耦合等离子体原子发射光谱仪
符合 JJG 768 的要求。
- 6.3 电感耦合等离子体质谱仪
符合 JJG 768 的要求。
- 6.4 原子吸收光谱仪
符合 JJG 694 的要求。
- 6.5 实验室常用设备及仪器
过滤装置、电热板、马弗炉、超声波清洗机、干燥箱、容量瓶、烧杯、移液管等。

7 试液制备

试样制备过程中应防止样品交叉污染。

7.1 样品清洗干燥

将样品竖直放置，用水（5.15）对样品进行冲洗后，放入干燥箱中，在 100 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥 2h；对使用过的催化剂需在 600 $^{\circ}\text{C}$ 焙烧 2h 以除去有机物。取出并冷却至室温。

7.2 测量内芯体积

7.2.1 对于形状规则的样品，在不同位置点，使用游标卡尺分别测量内芯各尺寸参数 3 次（单位：mm），取得平均值。计算得出载体体积，数值按 GB/T 8170 中的规定修约至四位有效数字。

7.2.2 对形状不规则样品应采用合理的方法测量其体积。

7.3 酸溶解

7.3.1 将样品放入 2000mL 烧杯中，在常温下分数次加入 1:1 的盐酸溶液（5.16A），直到样品蜂窝状部分被完全溶解。为了加快溶解速率，可采用以下方式进行处理：

- a) 将烧杯放置在电热板上，对烧杯进行低温加热。
- b) 将烧杯放置于超声波清洗机中，进行超声振动溶解。

7.3.2 将溶解后剩余的全部或部分外壳洗出。

7.3.3 使用 120mm 布氏漏斗和中性中速滤纸过滤溶液，当速度缓慢时可使用抽滤瓶进行真空抽滤，过滤完成后，将滤纸上的不溶物用水（5.15）洗涤至滴下的溶液为无色。

7.4 碱溶解

7.4.1 将 100ml 高铝坩埚干燥（120℃，温度达到设定值后保温 30min，稍冷）后称量。将滤渣放入高铝坩埚内，将高铝坩埚放入干燥箱，在 150℃下烘干至少 4h 至滤纸和沉淀完全干燥。烘干后将高铝坩埚放入马弗炉，在 300℃下对滤纸进行 30min 碳化，然后升温到 700℃保温 1h 后，冷却。

7.4.2 称重灼烧后的粉末与高铝坩埚，扣除坩埚重量后，加入 4 倍粉末重量的过氧化钠（5.7）于高铝坩埚内，混合均匀。再在表面覆盖一层过氧化钠（5.7）。将高铝坩埚放入马弗炉，升温到 770℃保温 30min。关闭马弗炉，稍冷后取出高铝坩埚。

7.4.3 将高铝坩埚横放入烧杯中，加入适量水（5.15）至没过坩埚底部，将烧杯放在电热板上加热溶解。

7.4.4 将烧杯从加热板上取下，稍冷，缓慢加入过氧化钠量 10 倍的盐酸（5.4）（1g 过氧化钠加入 10ml 盐酸），重新放在电热板上加热沸腾至无固体沉淀后，将高铝坩埚从烧杯中取出，用水（5.15）洗净。将此溶液与 7.3.3 过滤后的溶液合并，并加适量盐酸（5.4）调整溶液盐酸浓度到 1.5 mol/L-3.0 mol/L。将溶液定容到 1000mL 或 2000mL 的容量瓶中，容积记为 $V_{总}$ 。

7.5 共沉淀富集收集

7.5.1 从 $V_{总}$ 中精确移取 100mL 溶液放入 500mL 的烧杯中，再加入 200mL 1:3 的盐酸溶液（5.16B），加入 5mL 氟硼酸（5.6），然后放到加热板上加热微沸 30min。

7.5.2 移取氯化碲溶液（5.12）10mL 加入到烧杯中，加入 10mL 氯化亚锡溶液（5.13），微沸 15min，再加入 5mL 氯化亚锡溶液（5.13），然后再加入氯化碲溶液（5.12）1mL，继续微沸 30min。

7.5.3 将烧杯放入冷水中冷却 2h，共沉淀颗粒变大。

7.5.4 将共沉淀用 G4 砂芯漏斗过滤，先后使用二级水（5.15）和 1:9 盐酸溶液（5.16C）各洗涤 3 次。

7.6 共沉淀溶解

7.6.1 将砂芯漏斗置于 100ml 抽滤瓶上，向漏斗中加入 10mL 的王水（5.14），待沉淀完全溶解后开启抽滤装置，使溶液转移到瓶中，用二级水（5.15）洗涤砂芯漏斗 3 次，将滤液转移到 100mL 容量瓶中。然后根据采用的测试方法（ICP 或 AAS）对溶液进行处理。

7.6.1.1 用二级水（5.15）稀释到刻度。此溶液用于 ICP 检测。

7.6.1.2 加入氯化镧溶液 2mL，用二级水（5.15）稀释到刻度。此溶液用于 AAS 检测。

7.7 程序空白试液的制备

制备程序空白试液。每批样品制备 1 个程序空白试液。

8 分析测试

8.1 标准溶液的制备

8.1.1 用贵金属标准溶液（5.3）配制不同浓度的标准溶液，补加王水（5.14）6mL-10mL，加入氯化镧溶液（5.10）2mL（ICP 测试不要求），用二级水（5.15）稀释到 100mL。

8.1.2 每种贵金属配制至少 5 个不同浓度的标准溶液，其浓度应处于仪器的最佳测试范围。

8.2 仪器校准与分析条件设定

8.2.1 原子吸收光谱法（AAS）

根据仪器使用说明书，对仪器进行校准，调整仪器测试参数。根据仪器使用说明书，分别设定铂（Pt）、钯（Pd）、铑（Rh）的定量分析条件，如表 1 所示。

表 1 AAS 法分析条件

条件	铂 (Pt)	钯 (Pd)	铑 (Rh)
波长 (nm)	265.9	247.6	343.5

8.2.2 电感耦合等离子体发射光谱法 (ICP-OES)

根据仪器使用说明书,对仪器进行校准。进入波长校正界面,将样品管插入波长校正液中,等待 1min~2min 以便提升波长校正液、稳定波长校正液流量。用已知元素的波长校正发射光谱,以确保各波段波长与检测器像素之间完全吻合。

根据仪器使用说明书,分别设定铂 (Pt)、钯 (Pd)、铑 (Rh) 的定量分析条件。其中铂 (Pt)、钯 (Pd)、铑 (Rh) 元素的分析谱线宜选择表 2 中的数值。

表 2 测定元素推荐谱线

元素	主分析谱线 (nm)	次分析谱线 (nm)
铂 (Pt)	265.945	214.423
钯 (Pd)	363.470	340.458
铑 (Rh)	343.489	233.477

8.2.3 电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS)

根据仪器使用说明书,对仪器进行校准。进入调谐界面,将样品管插入调谐液中,等待 1min~2min 以便提升调谐液、稳定调谐液流量。调整等离子体参数、透镜系统参数等各项参数,以确保灵敏度、氧化物离子、分辨率等各项性能指标处于仪器安装验收指标值的 $\pm 30\%$ 内。

根据仪器使用说明书,分别设定铂 (Pt)、钯 (Pd)、铑 (Rh) 的定量分析条件。其中铂 (Pt)、钯 (Pd)、铑 (Rh) 元素的质量数宜选择表 3 中的数值,测定元素质量数。

表 3 测定元素质量数

元素	质量数
铂 (Pt)	195
钯 (Pd)	105
铑 (Rh)	103

注:ICP-MS 方法分析时,推荐选用铟为内标元素。

8.3 分析

8.3.1 建立标准曲线

标准溶液应按照待测元素浓度从低到高的顺序测定。以待测元素的浓度值为横标,待测元素响应值或待测元素响应值与内标元素响应值的比值为纵标,绘制标准曲线。并用各个元素的标准曲线进行待测试液中元素浓度的测定。标准曲线的线性相关系数应优于 0.999。

8.3.2 程序空白试液分析

用盐酸溶液清洗系统至少 2min 后,分析程序空白试液中铂 (Pt)、钯 (Pd)、铑 (Rh) 元素浓度,以确定程序空白值。

8.3.3 试液分析

试液应按照待测元素浓度从低到高的顺序测定，以避免记忆效应。如待测元素浓度高于设定的线性动态范围时，应将试液稀释至标准曲线范围内重新分析。

试液中元素的分析结果应为测定值减去相应的程序空白值。

9 结果计算

9.1 样品中的贵金属涂覆量 $m_i = V_{\text{测量}} \times c_{\text{测量}, i} \times V_{\text{总}} / V_{\text{取样}}$

i ——贵金属铂、钯、铑

$V_{\text{取样}}$ ——取样体积，一般为 100mL；

$c_{\text{测量}, i}$ ——某种贵金属元素的测试质量，mg

$m_{\text{总}} = m_{\text{铂}} + m_{\text{钯}} + m_{\text{铑}}$

9.2 样品中的贵金属涂覆量 (g/ft^3) = 样品中的贵金属涂覆量 (mg) / 样品的体积 (ft^3) / 1000

9.3 催化转化器中各贵金属元素的涂覆量以克 (g) 或克每立方英尺 (g/ft^3) 表示，且按 GB/T 8170 中的规定修约，克 (g) 修约至四位有效数字，克每立方英尺 (g/ft^3) 修约至整数位。

9.4 长度以 mm 表示，保留两位小数；体积需折算为立方英尺单位，保留四位有效数字。