

ICPMS-2030 测定车用陶瓷催化转化器中贵金属铂、钯和铑含量

ICPMS-132

摘要：参考环境标准《HJ 509-2009 车用陶瓷催化转化器中铂、钯、铑的测定 电感耦合等离子体发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法》，使用盐酸、氢氟酸、硝酸和高氯酸混合酸溶解，利用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 测定了车用陶瓷催化转化器中贵金属铂 (Pt)、钯 (Pd)、铑 (Rh) 元素含量。分析结果表明，该方法检出限为 0.05 $\mu\text{g/g}$ ~0.15 $\mu\text{g/g}$ ，加标回收率为 99.3%~109%，该方法可适用于车用陶瓷催化转化器中贵金属铂、钯和铑元素含量的快速测定。

关键词：ICP-MS 电感耦合等离子体质谱法 车用陶瓷催化转化器 贵金属 铂 钯 铑

车用催化转化器是安装在汽车排气系统中用于降低污染物排放的催化转化单元，主要作用是通过催化氧化还原反应降低汽车排放污染物一氧化碳 (CO)、碳氢化合物 (HC) 和氮氧化物 (NOx) 的排放量。汽车尾气催化转化器主要有两部分组成，包括铂 (Pt)、钯 (Pd) 和铑 (Rh) 等贵金属组成的三元催化剂和蜂窝状陶瓷、金属基质的催化剂载体，共同作用提高催化转化效率、保证尾气净化效果。

随着我国国民经济的快速发展，汽车保有量越来越大，汽车尾气污染也愈加严重，成为我国空气污染的主要来源之一。不同催化转化器技术的先进性主要体现在助活性组分和活性组分 (Pt、Pd、Rh) 的选配

结合上实现催化性能和尽量减少贵金属使用降低制造成本的目标。《GB/T 18881-2017 轻型汽油车排气净化催化剂》规定催化单元贵金属总含量和含量比例在设计值的 $\pm 10\%$ 偏差以内。因此，准确测定尾气催化转化器中贵金属的含量对于监控尾气排放标准、大气污染至关重要。

电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS) 作为多元素分析方法，应用范围广，分析速度快，灵敏度高，线性范围宽，能实现不同含量的多指标元素同时分析。本文采用盐酸、硝酸、氢氟酸和高氯酸分解样品，使用岛津电感耦合等离子体质谱仪 (ICPMS-2030) 分析车用陶瓷催化转化器中贵金属铂、钯和铑含量。

■ 实验部分

1.1 仪器设备

微波消解仪，电热板，粉碎机，岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪。

1.2 仪器条件

表 1 ICP-MS 分析条件

参 数	参数设定	参 数	参数设定
高频功率	1.20 kW	等离子体气流速	9.0 L/min
辅助气流速	1.10 L/min	载气流速	0.70 L/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器	同心雾化器
雾化室	旋流雾化室	雾化室温度	5°C
采样深度	5.0 mm	高频频率	27.12 MHz
碰撞气体	He	碰撞气流速	6 mL/min
池电压	-21 V	能量过滤器电压	7.0 V

■ 样品前处理

准确称取 1.000 g 经粉碎的样品于聚四氟微波消解管中，用少量水润湿，加入 6 mL HCl、4 mL HNO₃、6 mL HF，盖上盖子，置于微波消解仪中消解，升温程序见表 2。微波消解结束后将消解管放置于石墨电热板上 170℃ 赶酸至粘稠，加入王水 10 mL 和 2 mL HClO₄ 盖上盖子，加热直至溶液清亮，加入 2 mL HF 打开盖子蒸发至白烟冒尽。加入 5 mL HCl 和 HNO₃ 提取试样，冷却后转移、定容至 50 g，静置过 0.45 μm 滤膜待测，同时做空白和加标回收试验。

表 2 微波消解升温程序

步骤	控制温度 (°C)	升温时间 (min)	恒温时间 (min)
1	220	20	30

■ 结果与讨论

3.1 标准曲线和检出限

以 1% HNO₃ 水溶液将 Pd (1000 mg/L)、Pt (1000 mg/L)、Rh (1000 mg/L) 稀释配制成混合标准序列，浓度见表 3，元素标准曲线线性见图 1~ 图 3。

表 3 元素标准序列浓度

元素	标准序列 (μg/L)					
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Pd	0	10	20	50	100	200
Pt	0	10	20	50	100	200
Rh	0	10	20	50	100	200

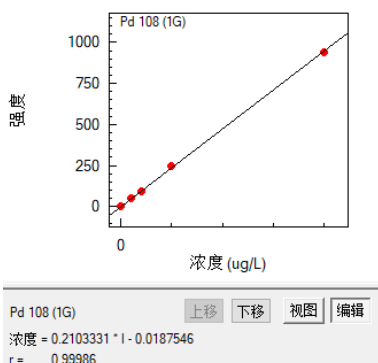


图 1 钯 Pd 标准曲线

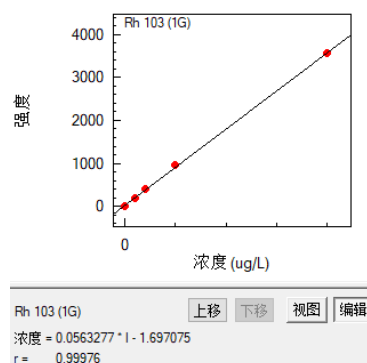


图 3 铑 Rh 标准曲线

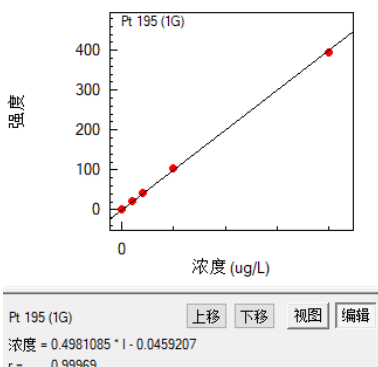


图 2 铂 Pt 标准曲线

以方法空白溶液连续测定 7 次，计算方法检出限，以称样量 1.0 g 定容到 50 g、稀释 50 倍测试计算，得到该方法的检出限（MDL），各元素检出限为 0.05 $\mu\text{g/g}$ ~0.13 $\mu\text{g/g}$ ，详细结果见表 4。

表 4 元素方法检出限

元素	质量数	内标	MDL($\mu\text{g/g}$)
Pd	108	^{115}In	0.15
Pt	195	^{209}Bi	0.05
Rh	103	^{115}In	0.13

3.2 样品结果

取催化转化器样品平行三份，按照样品前处理程序处理后样品和加标样均稀释 50 倍后进样测定，测定结果见表 5，测试重复性良好，加标回收率为 99.3~109%。

表 5 车载催化剂贵金属测试结果

元素	质量数	内标	测试值 ($\mu\text{g/L}$)	结果 ($\mu\text{g/g}$)	RSD (%, n=3)	加标量 (mg/L)	加标结果 (mg/L)	回收率 (%)
Pd	108	^{115}In	23.0	57.5	0.76	2.0	2.08	104
Pt	195	^{209}Bi	78.5	196	1.83	2.0	1.99	99.3
Rh	103	^{115}In	N.D.	-	-	2.0	2.19	109

■ 结论

参考环境标准《HJ 509-2009 车用陶瓷催化转化器中铂、钯、铑的测定 电感耦合等离子体发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法》，使用岛津 ICPMS-2030 型电感耦合等离子体质谱仪测定了车载催化转化器中钯、铂和铑元素含量。该方法抗灵敏度高，多元素分析速度快，可用于车载催化剂中贵金属含量分析测定。岛津 ICPMS-2030 通过采用微型炬管、Eco 模式和工业氩气，可大幅度减少实验室的运行成本。全汉语 LabSolutions ICPMS 智能化软件，操作简单，具备方法开发助手和结果诊断功能，缩短方法建立和数据处理时间。

岛津应用云

