

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.  
G01N 21/73 (2006.01)



## [12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200910079542.1

[43] 公开日 2009 年 11 月 11 日

[11] 公开号 CN 101576497A

[22] 申请日 2009.3.6

[21] 申请号 200910079542.1

[71] 申请人 刘征涛

地址 100012 北京市朝阳区安定门外北苑大  
羊坊 8 号

[72] 发明人 刘征涛 倪 红

[74] 专利代理机构 北京市卓华知识产权代理有限公司

代理人 陈子英

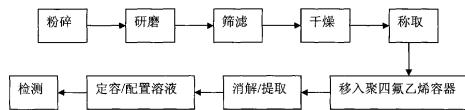
权利要求书 2 页 说明书 6 页 附图 1 页

### [54] 发明名称

陶瓷材料中铂、钯、铑含量的等离子发射光  
谱检测方法

### [57] 摘要

本发明涉及一种陶瓷材料中铂、钯、铑含量的等离子发射光谱检测方法，其将含有铂、钯、铑元素的大块陶瓷材料破碎成中小块后在研磨器中研磨成粉状，经筛选匀质化，随后放入干燥器进行干燥并在真空装置中冷却，然后分别称取少量干燥粉末样品，移入耐酸碱的容器内，进行浓酸消解并提取，提取液经过定容后进行等离子发射光谱检测的方法，此方法解决了陶瓷材料中铂、钯、铑元素无法进行电感耦合等离子发射光谱仪器检测的困难。



1、一种陶瓷材料中铂、钯、铑含量的等离子发射光谱检测方法，其特征在于包括以下步骤：

- 1) 将陶瓷材料粉碎为粉状颗粒；
- 2) 将粉状颗粒干燥；
- 3) 用酸对粉状颗粒进行消解并提取其中的铂、钯、铑，获得提取液；
- 4) 将上述提取液定容后通过等离子发射光谱( ICP )检测仪检测铂、钯、铑含量，并计算出陶瓷材料中的铂、钯、铑含量。

2、根据权利要求1所述的陶瓷材料中铂、钯、铑含量的等离子发射光谱检测方法，其特征在于所述步骤1)的粉碎步骤为破碎—研磨—筛滤，所述研磨采用非金属锤、碾体或碾磨仪，所述筛滤采用非金属网筛。

3、根据权利要求1或2所述的陶瓷材料中铂、钯、铑含量的等离子发射光谱检测方法，其特征在于所述粉状颗粒的粒径 $\leq 0.1\text{mm}$ ，所述非金属网筛的孔径 $\leq 0.1\text{mm}$ 。

4、根据权利要求1所述的陶瓷材料中铂、钯、铑含量的等离子发射光谱检测方法，其特征在于所述步骤2)的干燥为加热干燥，在干燥器中进行，干燥后进行冷却，所述冷却在真空中环境中进行。

5、根据权利要求4所述的陶瓷材料中铂、钯、铑含量的等离子发射光谱检测方法，其特征在于所述干燥器采用电热干燥箱或马弗炉，干燥温度设为 $105\text{--}300^\circ\text{C}$ 。

6、根据权利要求1所述的陶瓷材料中铂、钯、铑含量的等离子发射光谱检测方法，其特征在于所述步骤3)的消解和提取前称取多个样品，并将各样品分别装入耐酸碱的容器内，然后将容器放在通风橱中进行所述的消解和提取。

7、根据权利要求1、2、3、4、5或6所述的陶瓷材料中铂、钯、铑含量的等离子发射光谱检测方法，其特征在于所述步骤3)中用于消解和提取的酸为浓HF、浓HCl、HClO<sub>4</sub>、浓HNO<sub>3</sub>、浓H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>、浓过氧化氢或1:1王水，通过加热装置控制温度在100-150℃范围内。

8、根据权利要求1所述的陶瓷材料中铂、钯、铑含量的等离子发射光谱检测方法，其特征在于步骤4)的定容方法是先将提取液移入容量瓶，随后多次用去离子水或蒸馏去离子水洗涤所述耐酸碱容器，将洗涤液移入容量瓶，最后定容。

9、根据权利要求1所述的陶瓷材料中铂、钯、铑含量的等离子发射光谱检测方法，其特征在于所述定容液直接进行等离子发射光谱(ICP)仪检测，或依据ICP仪器实际检测范围及铂、钯、铑等元素标准液的浓度范围对定容液稀释后再进行ICP仪器检测。

10、根据权利要求1所述的陶瓷材料中铂、钯、铑含量的等离子发射光谱检测方法，其特征在于所述等离子发射光谱(ICP)仪器的检测限≥0.1mg/kg。

## 陶瓷材料中铂、钯、铑含量的等离子发射光谱检测方法 技术领域

本发明涉及一种陶瓷材料中铂、钯、铑含量的等离子发射光谱检测方法，其将含有铂、钯、铑元素的大块陶瓷材料破碎成中小块后在研磨器中研磨成粉状，经筛选均匀化，随后放入干燥器进行干燥并在真空装置中冷却，然后分别称取少量干燥粉末样品，移入耐酸碱的容器内，进行浓酸消解并提取，提取液经过定容后进行等离子发射光谱检测的方法。

## 背景技术

现有贵金属元素铂(Pt)、钯(Pd)、铑(Rh)常作为重要的催化剂使用于多种陶瓷材料中，如作为催化转化器材料广泛用在车船的汽油、柴油发动机产生的尾气净化装置内；其中铂、钯、铑的含量是评价陶瓷材料催化转化作用效率的重要指标。由于以陶瓷为基质的固体材料的属性与土壤、底泥或生物样品等常规固体样品的属性有较大差别，而目前电感耦合等离子发射光谱( ICP )分析方法主要进行常规固体样品中铂、钯、铑等贵金属含量的检测，因此利用电感耦合等离子发射光谱( ICP )分析方法直接检测陶瓷为基质的固体材料中的铂、钯、铑含量存在较大困难。

## 发明内容

本发明的目的在于克服现有技术的缺陷，提供了一种陶瓷材料中铂、钯、铑含量的等离子发射光谱检测方法，通过浓酸或微波消解炉消解并提取陶瓷材料中铂、钯、铑等贵金属，消解提取液适合于电感

耦合等离子发射光谱 (ICP) 的检测，有效的完成了陶瓷为基质的固体材料中的铂、钯、铑含量的检测。

本发明是通过以下技术方案实现的：一种陶瓷材料中铂、钯、铑含量的等离子发射光谱检测方法，其特征在于包括以下步骤：

- 1) 将陶瓷材料粉碎为粉状颗粒；
- 2) 将粉状颗粒干燥；
- 3) 用酸对粉状颗粒进行消解并提取其中的铂、钯、铑，获得提取液；
- 4) 将上述提取液定容后通过等离子发射光谱 (ICP) 检测仪检测铂、钯、铑含量，并计算出陶瓷材料中的铂、钯、铑含量。

本发明的有益效果是：陶瓷材料中的铂、钯、铑元素通过粉碎、干燥、消解、提取后得到液体检测样品，适用于电感耦合等离子发射光谱 (ICP) 仪器检测，解决了陶瓷为基质的固体材料中铂、钯、铑元素无法直接由电感耦合等离子发射光谱仪器检测的困难。

#### 附图说明

图 1 为本发明的流程图。

#### 具体实施方式

参见图 1，本发明提供了一种陶瓷材料中铂、钯、铑含量的等离子发射光谱检测方法，其特征在于包括以下步骤：

- 1) 将陶瓷材料粉碎为粉状颗粒；
- 2) 将粉状颗粒干燥；
- 3) 用酸对粉状颗粒进行消解并提取其中的铂、钯、铑，获

得提取液；

4) 将上述提取液定容后通过等离子发射光谱( ICP ) 检测仪检测铂、钯、铑含量，并计算出陶瓷材料中的铂、钯、铑含量。

本发明所提到的陶瓷材料指的是以陶瓷为基质的固体材料。

在所述步骤 1) 中，切锯大块样品，然后用天平称取约 100-200 克待分析的固体陶瓷材料，将不同形状的中硬度待检测固体陶瓷材料用非金属锤、碾钵或碾磨仪处理成粒径  $\leq 0.1\text{mm}$  的粉状颗粒，然后用孔径  $\leq 0.1\text{mm}$  的非金属网筛过滤所述粉状颗粒，达到匀质化效果。

在所述步骤 1) 的操作中要避免样品碎屑的迸溅损失和注意样品处理过程中人员安全防护。

在所述步骤 2) 中，将收集的所述粉状颗粒(约 100-200 克)置于坩埚中，放入电热干燥箱或马弗炉，在 105-300℃下进行恒温干燥约 1-2 小时，待粉状颗粒的质量不再发生变化后结束干燥，取出坩埚放于真空干燥箱内干燥冷却。随后，用分度值  $\leq 0.1\text{mg}$  的分析天平准确称取干燥后的粉状颗粒 0.2-5g，放入 20-100ml 的聚四氟乙烯样品容器中。

在所述步骤 2) 中，考虑到平行测试或重复测试，可以多次称取干燥冷却后的所述粉状颗粒，分别放入聚四氟乙烯样品容器，制备多个待测样。

在所述步骤 3) 中，使用移液枪或移液管分别吸取 2-10ml 浓 HF，2-10ml 浓 HC1, 1-6ml HC1O<sub>4</sub>, 2-10ml 浓 HNO<sub>3</sub> 等或 2-10 ml 浓 HF, 2-10ml 浓 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 2-10ml 浓 HNO<sub>3</sub> 等或 2-10ml 的 1:1 王水消解提取液，导入装

有待处理样品的所述聚四氟乙烯样品容器中，随后置于通风厨内的加热装置上，松合样品杯盖或倒盖一耐强酸（HF）的塑料漏斗于样品容器上，在100-150℃温度下不断添加酸性消解液进行恒温消解提取。

在所述步骤3)中，消解提取过程可以为：一、重复添加1-5ml浓HNO<sub>3</sub>、浓H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>消解1小时以上，直至酸液中只有极少量的固体残余物；二、再加入1:1王水2-10ml继续将残余物几乎消解成溶液状态；三、也可使用微波消解炉重复消解样品容器中的0.2-1.0克样品，通常2-3次约0.5-1.0小时。

在所述步骤3)中，消解提取过程中应注意不使所述聚四氟乙烯样品容器中液体挥发干，通常保持1-2ml消解提取液，同时观察固体残余物几乎消解完毕即完成消解提取过程。

在所述步骤3)中，所述聚四氟乙烯样品容器的容积和消解提取液用量也可依据实际粉末状陶瓷材料的样品量按比例改变，消解液可以为浓硝酸、浓硫酸，浓高氯酸，浓氢氟酸，浓过氧化氢等，所述消解液可以单独使用也可以两种或更多种连续或混合使用。

在所述步骤3)中，消解提取过程中应注意不使所述聚四氟乙烯样品容器中液体挥发干，通常保持1-2mL消解提取液，同时观察固体残余物几乎消解完毕即完成消解提取过程。

在所述步骤3)中，加热装置可以为电加热板或其他的加热装置。

在所述步骤4)中，将5-20ml去离子水加入已冷却消解完毕的聚四氟乙烯样品容器中，用中速定量滤纸将样品杯中溶液完全过滤，

随后将过滤液注入 50-500ml 的样品定容瓶中，再用去离子水将溶液准确定容至 50-500mL，摇匀可得到澄清透明的待测溶液，随后待测溶液进入电感耦合等离子发射光谱（ICP）的仪器，进行铂、钯、铑检测，随后将检测的液体浓度结果进行定容稀释倍数与重量浓度单位换算处理，得到固体陶瓷材料中贵金属铂、钯、铑等元素的实际含量结果。

在所述步骤 4) 中，所述定容过程可分多次，先用少量去离子水冲洗所述聚四氟乙烯样品容器，经过滤纸过滤将每次冲洗下来的去离子水注入定容瓶中，所述待测溶液可直接进入 ICP 仪进行铂、钯、铑的仪器检测，也可依据实际 ICP 仪器检测范围及采用的铂、钯、铑等元素标准液的浓度范围对定容样品进行适当的稀释（至少用去离子水或蒸馏去离子水）后再进样 ICP 仪器检测。

本方法中使用的电感耦合等离子发射光谱（ICP）仪器检测，检测限  $\geq 0.1\text{mg/kg}$ 。

该检测方法也适用于陶瓷材料及所含金属元素类似的其它固体材料中金属元素的 ICP 或 ICP-MS( 电感耦合等离子体发射光谱-质谱 ) 法的检测分析。

下面针对 0.2-5g 的陶瓷粉状颗粒给出几个消解方式的实施例：

实施例 1：首先重复添加 1-5ml 浓  $\text{HNO}_3$ 、浓  $\text{H}_2\text{SO}_4$  消解 1 小时以上，直至酸液中只有极少量的固体残余物，再加入 1:1 王水 2-10ml 继续对残余物消解，直至不再有固体残余物，均消解为溶液。

实施例 2：首先重复添加 1-5ml 浓  $\text{HNO}_3$ 、浓  $\text{H}_2\text{SO}_4$  消解 1 小时以上，

---

直至酸液中只有极少量的固体残余物，再使用微波消解炉重复消解聚四氟乙烯样品容器中的 0.2-1.0 克样品，通常进行 2-3 次，约 0.5-1.0 个小时，直至不再有固体残余物，均消解为溶液。

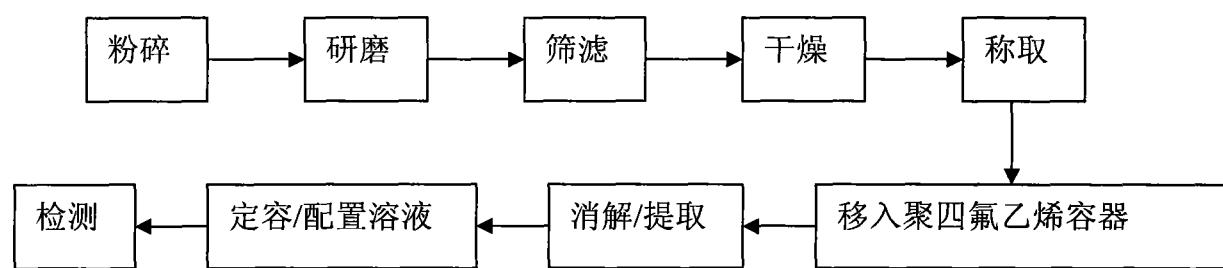


图 1