

铅试金富集-火焰原子吸收光谱法测定树脂中钯

王 芳, 陈小兰, 林海山, 李小玲, 肖红新
(广州有色金属研究院 分析测试中心, 广州 510650)

摘 要: 通过铅试金富集树脂中的钯并用银作钯灰吹保护, 得到的银钯合粒用王水溶解, 在 5% 的盐酸介质中, 采用原子吸收光谱法测定钯, 该法测钯的相对标准偏差 *RSD* 为 0.53%, 加标回收率在 99.04%~100.10% 之间。

关键词: 分析化学; 铅试金; 原子吸收光谱法; 钯

中图分类号: O657.3 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-0676(2013)04-0057-03

Determination of Palladium in Resin by Lead Fire Assaying – Flame Atomic Absorption Spectrometric Method

WANG Fang, CHEN Xiaolan, LIN Haishan, LI Xiaoling, XIAO Hongxin

(Analysis and Testing Center, Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals, Guangzhou 510650, China)

Abstract: Palladium in resin was enriched by lead assaying, using silver as a protective agent to produce silver-palladium alloy, and then the alloy was dissolved in aqua regia. Air acetylene flame atomic absorption spectrometric method was used to determinate palladium in 5% hydrochloric acid solution. The relative standard deviation (*RSD*) in determination of palladium is 0.53% and the recovery rate is between 99.04%~100.10%.

Key words: analytical chemistry; lead assaying; atomic absorption spectrometry; palladium

在生产工艺中, 用于回收钯的离子交换树脂品种多, 规格不统一, 性能差别大, 因此准确测定吸附后树脂中的钯, 对贵金属的回收具有重要意义。目前, 离子交换树脂中钯的传统测定方法是采用灰化灼烧, 王水溶解残渣, 经化学分离杂质后, 采用容量法或原子吸收法测定^[1-2]。但是, 有些试样灰化灼烧时, 往往不能完全氧化, 残渣用王水分解时很难完全溶解, 溶液中的钯被未氧化的有机物吸附, 引起钯的分析结果偏低, 影响测定的准确度。熔铅是良好的钯富集剂^[3], 铅试金是经典的富集方法之一^[4-10], 它取样代表性好、适应范围宽、富集效率高, 是国家标准中检测钯的常用富集方法。

本文采用铅试金富集, 王水溶解, 在 5% 的盐酸介质中, 采用火焰原子吸收光谱法测定钯, 取得了满意的结果。

1 实验部分

1.1 主要试剂与仪器

主要试剂: 硝酸、盐酸(均为分析纯); 碳酸钠、二氧化硅、硼砂、黄丹(PbO)、面粉、硝酸钠、氯化钠(均为工业纯); 纯钯、纯银(含量均大于99.95%)。

主要设备与仪器: 马弗炉、灰吹炉、试金坩埚(300 mL)、镁砂灰皿(85份水泥+15份镁砂, 与十分之一的水混合压制而成); 原子吸收光谱仪(北京第二光学仪器厂, WFX-130B); 钯空心阴极灯; 电子天平(感量0.1 mg)。

制备钯标准溶液(0.1 mg/mL): 称取0.1000 g纯钯于100 mL烧杯中, 加15 mL王水, 再加两滴5%氯化钠溶液, 低温加热溶解, 冷至室温后, 移入1 L

容量瓶，加50 mL盐酸，定容，摇匀。

1.2 实验步骤

称取一定量的含钯树脂于500 mL的广口瓶中，加入造渣剂碳酸钠20 g，硼砂8~10 g，二氧化硅7~8 g，氧化铅80 g，适量面粉，纯银粉0.2 g，经充分摇匀后转入到500 mL的粘土坩埚中，加入15 g硫酸钠覆盖剂，然后放入900℃高温箱型电炉进行高温熔解，直至升温到1130℃；保温10 min，取出，冷却，把坩埚砸碎，取出铅扣。

把铅扣放入预热到900℃的灰皿中进行灰吹，灰吹结束后取出灰皿，冷却。将从灰皿中取出的银珠放入100 mL烧杯中，加入(1+1)硝酸5 mL，在电炉上溶解，加入5 mL浓盐酸，继续加热溶至小体积，取下冷却。加入5 mL浓盐酸，将溶液定容到100 mL的容量瓶中，用原子吸收光谱仪测定钯。

2 结果与讨论

2.1 样品还原力试验

树脂的种类复杂，其分子式中通常含有S和C两种元素，具有一定的还原力。通过测试样品的还原力，即可根据样品的还原力添加适量的还原剂(面粉)或氧化剂(硝酸钾)，控制铅扣的大小(一般控制在30 g左右)。测试方法为：称取1.0 g样品、10 g碳酸钠、5 g二氧化硅、5 g硼砂、50 g氧化铅，混合后转入试金坩埚，进行铅试金，称取铅扣的重量。按上述配料所得的铅扣重量为树脂的还原力。表1为一种含钯树脂样品的还原力，该树脂的还原力约为9.5。小麦粉(即面粉)的理论还原力是15.3，即1 g小麦粉能够还原氧化铅生成15.3 g铅，但实际上只能还原出10~12 g铅。

表 1 样品还原力测试结果

Tab.1 Deoxidizing ability tests of the samples

序号	试样质量/g	面粉重量/g	铅扣重量/g
1	1.00	0	9.5
2	1.00	1.0	19.4
3	1.00	1.5	28.4
4	1.00	2.0	32.0
5	1.00	2.5	38.4
6	1.00	3.0	40.6

2.2 试金效果

试金效果可以从熔体有没有飞溅、坩埚是否渗漏、铅扣的大小和表面光洁度等现象来判断。硅酸

度从大到小变化，熔渣成熔融状由粘稠变得稀薄，同时对坩埚的腐蚀作用也不断加强。铅试金富集钯的硅酸度为1.0时较好，形成的铅扣表面光洁度高。表2是表1中的铅扣经灰吹溶解用原子吸收光谱仪测定的试样中钯的含量。钯能与铅形成合金，是一个容易被铅捕集的铂族金属。一次试金可将绝大部分钯捕集在铅扣中，在渣中的损失很小。钯能与银形成合金，有银存在时，钯的灰吹损失可以忽略不计。

表 2 样品试金效果

Tab.2 Assaying effect of the samples

序号	铅扣重量/g	加银量/g	Pd含量/(g/kg)
1	9.5	0.2	4.75
2	19.4	0.2	4.81
3	28.4	0.2	4.87
4	32.0	0.2	4.91
5	38.4	0.2	4.91
6	40.6	0.2	4.87

2.3 试样量

试样量取太少，取样代表性不好，结果会有偏差。试样量取太多，当样品中Pd含量较高时，稀释倍数较大，影响结果的准确性。一般取样0.5~1.5 g。

2.4 干扰及酸度

火试金最终得到的是银珠，银珠中除大部分是银外，还包含了少量Pd，基本无其它杂质，因此在其采用原子吸收测定时没有其它金属离子的光谱干扰。在盐酸介质中采用原子吸收测定钯，适应的酸度范围宽，实验结果表明，盐酸酸度在1%~10%对吸光度无影响。

2.5 试样分析结果

称取不同质量的试样，按实验方法进行测定，结果见表3。

表 3 样品测试结果

Tab.3 Test results of the samples

序号	试样质量/g	Pd含量/(g/kg)
1	0.5068	4.91
2	0.5045	4.89
3	0.5022	4.93
4	0.5052	4.90
5	0.5024	4.94
6	0.5012	4.87
平均值		4.91

根据表3计算，测定钯的标准偏差(*SD*)为0.026，相对标准偏差(*RSD*)为0.53%。

2.6 加标回收实验

在装入试样及配料的粘土坩埚中分别加入钯标准溶液(100 μg/mL)1 mL。回收实验结果见表4，回收率在99.04%~100.10%之间。

表 4 样品加入钯标准回收实验

Tab.4 Recovery of the samples with standard addition of Pd

序号	试样质量 /g	加入Pd /μg	测得Pd /μg	回收率 /%
1	0.5008	100	99.92	99.92
2	0.5010	100	99.04	99.04
3	0.5004	100	100.05	100.05
4	0.5012	100	99.57	99.57
5	0.5004	100	100.10	100.10

3 结论

采用铅试金富集原子吸收光谱法测定树脂中的钯，该法取样代表性好，准确度高，6次平行测定的相对标准偏差(*RSD*)为0.53%，回收率在99.04%~100.10%。

参考文献：

[1] 李丹, 王得, 李彪. 717 阴离子交换树脂富集-电感耦合等离子体质谱法测定地质样品中痕量金铂钯[J]. 冶金分析, 2011, 31(4): 14-19.
Li Dan, Wang De, Li Biao. Determination of gold, platinum and palladium in geological samples by inductively coupled plasma mass spectrometry after concentration with 717 anion exchange resin[J]. Metallurgical Analysis, 2011, 31(4): 14-19.

[2] 孙爱琴, 唐志中, 姚文生, 等. 树脂分离富集-石墨炉原子吸收测定痕量钯[J]. 贵金属, 2003, 24(3): 36-40.
Sun Aiqin, Tang Zhizhong, Yao Wensheng, et al. The Pd pre-concentration method by alkalescence anion resin and determination of trace Pd by GFAAS[J]. Precious Metals, 2003, 24(3): 36-40.

[3] 董守安. 现代贵金属分析[M]. 北京: 化学工业出版社,

2007: 42-74.

[4] 李小玲. 火试金法测定树脂中的金[J]. 黄金, 2010, 31(4): 54-55.
Li Xiaoling. Determination of gold in resin by fire assaying method[J]. Gold, 2010, 31(4): 54-55.

[5] 肖红新. 铅试金捕集-火焰原子吸收光谱法测定印刷线路板中的金和钯[J]. 材料研究与应用, 2012, 6(3): 215-218.
Xiao Hongxin. Determination of gold and palladium in printed circuit board by plumbum assaying-flame atomic absorption spectrometry method[J]. Materials Research and Application, 2012, 6(3): 215-218.

[6] 丛大义. 铅试金富集 DDO 法测定多冰镍中铂与钯[J]. 矿冶, 2005, 14(2): 90-92.
Cong Dayi. Determination of Pt and Pd in high-grade nickel matte by Pb-assaying enrichment and DDO analysis[J]. Mining & Metallurgy, 2005, 14(2): 90-92.

[7] 管有祥, 徐光, 王应进, 等. 用金作保护剂铅试金富集汽车尾气净化催化剂中铂钯铑的研究[J]. 贵金属, 2011, 32(2): 67-41.
Guan Youxiang, Xu Guang, Wang Yingjin, et al. Study on gold as protective reagent for enrichment Pt, Pd and Rh by lead assaying for automobile exhaust-purifying catalysts[J]. Precious Metals, 2011, 32(2): 67-41.

[8] 陈小兰, 朱嘉斌, 刘天平, 等. 铅试金富集-ICP-AES 测定催化剂及含铑废水中的铑[J]. 贵金属, 2012, 33(3): 39-41.
Chen Xiaolan, Zhu Jiabin, Liu Tianping, et al. Determination of rhodium in catalysts and in waste water by fire assay-ICP measurement[J]. Precious Metals, 2012, 33(3): 39-41.

[9] 倪文山, 孟亚兰, 姚明星, 等. 铅试金富集-塞曼石墨炉原子吸收光谱法测定矿石样品中铂钯铑铱[J]. 冶金分析, 2010, 31(3): 23-26.
Ni Wenshan, Meng Yalan, Yao Mingxing, et al. Determination of platinum, palladium, rhodium and iridium in mineral samples by Zeeman graphite furnace atomic absorption spectrometry after the pre-concentration with lead fire assaying[J]. Metallurgical Analysis, 2010, 31(3): 23-26.