

ICP-AES 法测定废催化剂不溶渣中的铂、钯和铑

谭文进, 贺小塘, 肖雄, 张选冬, 刘伟, 刘文, 鲁俊余, 林波, 马王蕊, 金云杰, 朱利亚
(贵研资源(易门)有限公司, 贵研铂业股份有限公司 稀贵金属综合利用新技术国家重点实验室, 昆明 650106)

摘要: 采用碱熔-碲共沉淀分离富集, 用电感-耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)测定精细化工废催化剂不溶渣中的铂、钯、铑含量。系统考察了碱熔解和碲共沉淀富集分离的条件, 研究了碲富集物中的主要元素和比例, 确定了 ICP-AES 法测定铂、钯、铑的条件。结果表明, 碱熔-共沉淀能够充分分离富集样品中的铂、钯、铑; 测定催化剂不溶渣中 653~3652 g/t 铂、447~3804 g/t 钯、539~6433 g/t 铑时, 相对标准偏差(RSD)、样品加标回收率分别为铂 0.84%~1.78%、97.0%~99.4%, 钯 1.05%~1.82%、97.0%~100.6%, 铑 1.00%~2.12%、98.2%~100.4%。方法分析快速、易于掌握, 已用于生产分析中。

关键词: 分析化学; ICP-AES 法; 精细化工废催化剂不溶渣; 铂; 钯; 铑

中图分类号: O655.23 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-0676(2015)03-0072-06

Determination of Platinum, Palladium and Rhodium Contents in Insoluble Slag of Spent Catalysts by ICP-AES

TAN Wenjin, HE Xiaotang, XIAO Xiong, ZHANG Xuandong, LIU Wei,
LIU Wen, LU Junyu, LIN Bo, MA Wangrui, JIN Yunjie, ZHU Liya

(Sino-Platinum Metals Resources (Yimen) Co. Ltd., State Key Laboratory of Advanced Technologies for Comprehensive Utilization
of Platinum Metals, Sino-Platinum Metals Co. Ltd., Kunming 650106, China)

Abstract: With alkali fusion, tellurium co-precipitation separation, contents of Pt, Pd and Rh in insoluble slag of fine-chemical industry spent catalysts were determined by ICP-AES. The conditions of alkali fusion, tellurium co-precipitation separation, components of the enrichment, and ICP-AES determination condition were systemic investigated. Results indicated that Pt, Pd and Rh in the slag can be completely separated and enriched by fusion and co-precipitation. Contents of 653~3652 g/t Pt, 447~3804 g/t Pd, and 539~6433 g/t Rh in the slag were determined. The relative standard deviation (RSD), recoveries of standard addition were 0.84%~1.78%, 97.0%~99.4% for Pt, 1.05%~1.82%, 97.0%~100.6% for Pd, and 1.00%~2.12%, 98.2%~100.4% for Rh, respectively. The proposed method was rapid, easy to master and has been applied to production analysis.

Key words: analytical chemistry; inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES); insoluble slag of fine chemical industry spent catalysts; platinum; palladium; rhodium

随着我国经济的快速发展, 铂、钯、铑已广泛应用于加氢、脱苳、氧化、歧化、重整、合成等反应的精细化工催化剂中, 但它们的矿产资源严重短

缺, 铂族金属废催化剂成为回收铂、钯、铑的主要原料之一^[1]。Pt/C、PtCl₂-CuCl₂、Pd/C、PdCl₂-CuCl₂、Pt-Pd/C、Rh/C、RhI₃、RhOPAC、HRhCO(PPh₃)₃等

收稿日期: 2015-02-27

基金项目: 国家高技术研究发展计划基金(863 计划)(2012AA063203, 2012AA063207)、云南省科技创新强省计划基金(2011AA004)、云南省地方标准制(修)订基金(DBZD070-2014)。

第一作者: 谭文进, 男, 高级工程师, 研究方向: 稀贵金属冶金、分析研究与应用。E-mail: twj757@ipm.com.cn

精细化工废催化剂不溶渣,系湿法冶金提取贵金属后的酸不溶解残渣,其中含有400~6000 g/t的铂、钯、铑,仍具有再次回收的经济价值。一直以来,该类样品量较大,且因样品的组成、成分复杂,铂、钯、铑的完全溶解较难和分析结果误差较大等问题,严重影响了国内较多行业对湿法冶金生产物料平衡的考察,交易双方样品分析结果的对照和原料公平、公正的交易。因此,准确分析其中的铂、钯、铑含量成为亟待解决的问题。

贵金属二次资源废料中铂、钯、铑的测定和标准方法的综述已有介绍^[2-4],其中应用较多的有分光光度法^[5-6]、原子吸收光谱法^[7-8]、电感耦合等离子体发射光谱法^[9-10]。精细化工废催化剂不溶渣用酸难以溶解完全,而于高温用过氧化钠熔解完全,但分光光度法因后续处理的试液中,仍有少量的铂、铑未能完全转化为络合物显色所需的 $[\text{PtCl}_6]^{2-}$ 、 $[\text{RhCl}_6]^{3-}$ 氯络离子,以及原子吸收光谱法因对铑的灵敏度低,故易使测定铂、铑的结果偏低或误差较大,且2种方法均不能同时测定铂、钯、铑^[10]。电感耦合等离子体发射光谱法具有测定浓度范围宽、分析快速和多元素同时测定的优点,加之与试金等富集分离技术的联用,可提高仪器测定结果的准确度,但试金法消耗试剂量和劳动强度大、且污染环境严重^[11-12],树脂和萃取富集分离技术适用于酸溶解样品的试液,而与碲共沉淀富集分离技术的联用,可较好地消除样品中共存的和碱熔解样品引入的大量铝、钠、硅等离子对仪器测定铂、钯、铑的影响,且操作简便和对环境污染小,作者曾采用试金和碲富集分离技术对样品进行过试验对比,结果吻合。关于碲共沉淀富集铂、钯的机理研究^[13],以及该技术与原子吸收光谱法、电感耦合等离子体发射光谱法、电感耦合等离子体质谱法联用,测定催化剂、铜灰渣和地质样品中贵金属的研究已有专利^[14]和文献^[15-19]介绍。迄今未见到用于精细化工废催化剂不溶渣中铂、钯、铑测定的报道。

经与密闭酸消解法对比,本文采用过氧化钠熔解样品,碲共沉淀分离富集铂、钯、铑ICP-AES测定。方法可应用于实际样品分析。

1 实验部分

1.1 主要试剂、仪器

铂-钯-铑管理样包括 GYZJ-HC-PtPdRh (推荐值: Pt 1372 g/t、Pd 5897 g/t、Rh 1130 g/t)和 GYZIGL

-JX-PtPdRh (推荐值: Pt 1198 g/t、Pd 1335 g/t、Rh 6440 g/t);铂标准贮存溶液、钯标准贮存溶液、铑标准贮存溶液[(1000 $\mu\text{g/mL}$, 10%盐酸),国家钢铁材料测试中心钢铁研究总院,国家标准溶液];碲溶液(2.5 mg/mL, 3.6 mol/L 盐酸);二氯化锡溶液(1 mol/L, 3.6 mol/L 盐酸);过氧化氢;过氧化钠;盐酸;盐酸(1+9);盐酸(3+7);所用试剂为分析纯,水为纯水。

电感耦合等离子体原子发射光谱仪(Optima 7000 DV,美国PE公司);分析天平(Mettler Toledo,德国,感量:0.1/0.01 mg);马弗炉(YFX 2/12 Q-GC,中国)。

氩气(纯度不小于99.99%);高铝坩埚(容积:30 mL);玻砂漏斗(容积:60 mL,规格:G 3);聚四氟乙烯消化罐(容积:30 mL,定制加工)。

1.2 实验方法

1.2.1 试样分解

称取约0.50 g试样于高铝坩埚中,加约2 g过氧化钠,搅拌,再覆盖约2 g过氧化钠,于730 $^{\circ}\text{C}$ 马弗炉中恒温熔解15 min。取出,冷却,将高铝坩埚置于400 mL烧杯中,加100 mL水,盖上表面皿,放置至反应停止后,用少量盐酸洗净高铝坩埚内、外壁,再补加30 mL盐酸,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。

1.2.2 碲共沉淀富集分离

移取1.2.1试液25 mL至250 mL烧杯中,加30 mL盐酸,加水至约100 mL,加10 mL碲溶液,加热至近沸,加4 mL二氯化锡溶液,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,用水洗涤烧杯及沉淀各4~5次,弃去滤液。用约10 mL热盐酸、3 mL过氧化氢溶解沉淀于原烧杯中,用水洗涤漏斗3~5次,洗涤液接于原烧杯中,盖上表面皿,低温蒸至湿盐状。取下,用水吹洗表面皿,加5 mL盐酸,转入50 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

1.2.3 标准工作曲线的制作和样品测定

铂、钯、铑标准混合溶液(100 $\mu\text{g/mL}$, 10%盐酸)的制备:分别移取10.00 mL铂标准贮存溶液、钯标准贮存溶液、铑标准贮存溶液于100 mL容量瓶中,用盐酸(1+9)稀释至刻度,混匀。

铂、钯、铑标准混合级差溶液的制备:分别移取0、0.50、1.00、5.00、10.00、20.00 mL铂、钯、铑标准混合溶液,置于一组100 mL容量瓶中,用

盐酸(1+9)稀释至刻度,混匀,得到 0.00、0.50、1.00、5.00、10.00、20.00 $\mu\text{g/mL}$ 混合标准级差溶液。

于电感耦合等离子体发射光谱仪上,在仪器运行稳定后,在选定的工作条件下,分别用配制好的铂、钯、铑标准混合级差溶液进行标准化,测试分析试液,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、铑的测定浓度,再根据稀释倍数、定容体积和称取样品量,计算铂、钯、铑的质量分数。

2 结果与讨论

2.1 样品分解方法的选择

采用管理样 GYZJ-HC-PtPdRh 进行高温高压密闭酸消解、碱熔解样品实验。由表 1 可知,采用 15 mL 盐酸-5 mL 硝酸、15 mL 盐酸-5 mL 过氧化氢密闭消解样品 8 h 后,仍余残渣,且平均测得铂、钯、铑含量较参考值偏低,而采用过氧化钠熔解样品快速、完全,平均测得铂、钯、铑含量与参考值吻合,相对误差分别为铂-0.51%~+0.51%、钯-0.14%~+0.10%、铑-0.26%~+0.53%。选择碱熔方法,用过氧化钠熔解样品。

表 1 不同分解方法的比较

Tab.1 Comparison of different decomposition methods

分解方法	现象	测得值/(g/t)			相对误差/%		
		Pt	Pd	Rh	Pt	Pd	Rh
盐酸-硝酸 密闭消解	余 残渣	1065	5482	965	-22.4	-7.0	-14.6
		1072	5479	979	-21.9	-7.1	-13.4
		1074	5487	976	-21.7	-7.0	-13.6
盐酸- 过氧化氢 密闭消解	余 残渣	1187	5476	1079	-13.5	-7.1	-4.5
		1180	5495	1065	-14.0	-6.8	-5.8
		1188	5486	1080	-13.4	-7.0	4.4
过氧化钠 熔解	无 残渣	1379	5898	1127	0.51	0.02	-0.26
		1365	5903	1136	-0.51	0.10	0.53
		1369	5889	1132	-0.22	-0.14	0.18

2.2 碲共沉淀富集分离条件

分别移取 15.00 mL 铂、钯、铑标准混合溶液(100 $\mu\text{g/mL}$, 10%盐酸)于 250 mL 烧杯中,按 1.2.2~1.2.3 的操作进行以下实验。

2.2.1 盐酸酸度的选择

考察了不同盐酸酸度对碲富集铂、钯、铑的影响,结果列于表 2。

表 2 盐酸酸度的选择

Tab.2 Selection of acidity of hydrochloric acid

PtPdRh	HCl	测得值/ μg			相对误差/%		
		Pt	Pd	Rh	Pt	Pd	Rh
1500	2.5	1490.7	1487.8	1492.1	-0.62	-0.81	-0.53
		1492.5	1488.8	1489.6	-0.50	-0.75	-0.69
		1490.3	1488.9	1488.9	-0.65	-0.74	-0.74
1500	3.0	1502.1	1499.5	1500.8	+0.14	-0.03	+0.05
		1500.9	1503.7	1493.9	+0.06	+0.25	-0.41
		1496.2	1496.3	1495.4	-0.25	-0.25	-0.31
1500	3.5	1500.5	1499.3	1504.1	+0.03	-0.05	+0.27
		1499.7	1501.4	1502.5	-0.02	+0.09	+0.17
		1499.1	1504.3	1490.9	-0.06	+0.29	-0.61
1500	4.5	1504.3	1498.9	1501.1	+0.29	-0.07	+0.07
		1503.5	1499.0	1498.7	+0.23	-0.07	-0.09
		1505.8	1492.7	1498.6	+0.39	-0.49	-0.09

由表 2 可知,于 2.5~4.5 mol/L 盐酸酸度(更高酸度的实验未做),测得铂、钯、铑与加入量吻合,相对误差分别为铂-0.65%~+0.39%、钯-0.81%~+0.29%、铑-0.74%~+0.27%。在实际样品分析中,中和碱熔解样品的试液需要消耗一定量的酸,故本法选择 3.5~4 mol/L 盐酸进行测定。

2.2.2 碲用量的选择

考察了不同碲用量对富集铂、钯、铑的影响,结果列于表 3。

表 3 碲用量的选择

Tab.3 Selection of tellurium dosage

PtPdRh	Te	测得值/ μg			相对误差/%		
		Pt	Pd	Rh	Pt	Pd	Rh
1500	10	1480.3	1481.7	1481.9	-1.31	-1.22	-1.21
		1479.5	1482.0	1480.5	-1.37	-1.20	-1.30
		1481.6	1478.7	1479.1	-1.23	-1.42	-1.39
1500	15	1486.2	1491.3	1479.9	-0.92	-0.58	-1.34
		1487.0	1490.5	1479.2	-0.87	-0.63	-1.39
		1489.9	1489.9	1481.0	-0.67	-0.67	-1.27
1500	20	1497.8	1495.3	1500.5	-0.15	-0.31	+0.03
		1499.0	1499.8	1498.6	-0.07	-0.01	-0.09
		1503.7	1505.2	1495.8	+0.25	+0.35	-0.28
1500	25	1505.8	1497.9	1498.5	+0.39	-0.14	-0.10
		1500.4	1498.9	1502.2	+0.03	-0.07	+0.15
		1502.6	1499.3	1501.0	+0.17	-0.05	+0.07

由表3可知, ① 随碲用量增加, 铂、钯、铑的富集量逐渐增加; ② 当碲用量为20~25 mg时, 测得铂、钯、铑与加入量吻合。测定相对误差分别为铂-0.15%~+0.39%、钯-0.31%~+0.35%、铑-0.28%~+0.15%。在实际样品分析中, 一般过量5 mg, 故本法选择加入25 mg碲进行测定。

2.2.3 二氯化锡用量的选择

考察了不同二氯化锡用量对富集铂、钯、铑的影响, 结果列于表4。

表4 二氯化锡用量的选择

Tab.4 Selection of stannous chloride dosage

PtPdRh	SnCl ₂	测得值/ μg			相对误差/%		
		/ μg	/mL	Pt Pd Rh	Pt Pd Rh		
1500	1	1450.0	1445.7	1440.8	-3.33	-3.62	-3.95
		1448.3	1448.4	1446.0	-3.45	-3.44	-3.60
		1445.6	1443.2	1439.5	-3.63	-3.79	-4.03
1500	3	1482.2	1488.6	1485.5	-1.19	-0.76	-0.97
		1486.1	1479.2	1487.6	-0.93	-1.39	-0.83
		1480.4	1480.0	1480.9	-1.31	-1.33	-1.27
1500	3.5	1499.5	1500.7	1503.2	-0.03	+0.47	+0.21
		1498.8	1501.4	1502.5	-0.08	+0.09	+0.17
		1496.3	1497.6	1497.7	-0.25	-0.16	-0.15
1500	4	1502.2	1501.1	1498.6	+0.15	+0.07	-0.09
		1497.8	1498.7	1499.0	-0.15	-0.09	-0.07
		1499.0	1500.9	1501.9	-0.07	+0.05	+0.13

由表4可知, ① 随二氯化锡用量增加, 铂、钯、铑的还原量逐渐增加; ② 当二氯化锡用量为3.5~4.0 mL时, 测得铂、钯、铑与加入量吻合, 相对误差分别为铂-0.25%~+0.15%、钯-0.16%~+0.47%、铑-0.15%~+0.21%。在实际样品分析中, 一般过量0.5 mL, 故本法选择加入4.0 mL二氯化

锡进行测定。

2.2.4 碲富集物主要元素分析

采用管理样 GYZJ- HC-PtPdRh, 按1.2.1~1.2.2的操作得到碲富集物, 置于室温至水分挥发完全, 采用电镜能谱扫描分析其中各元素的含量。结果表明, 富集物主要元素为碲、钯、铂和铑, 还有少量铝、钠和硅。

2.3 仪器测定条件

2.3.1 仪器测定参数的选择

经实验选定的仪器工作条件和工作参数如下: 分析功率1.2 kW、载气流速0.2 L/min、保护气流速0.8 L/min、冷却气流速15 L/min、进样速率1.5 mL/min、径向观测、预燃时间30 s、积分时间5 s、积分2次取平均值。

2.3.2 分析谱线的选择

仪器软件自带谱线有铂265.945、299.979 nm, 钯340.458、248.892 nm, 铑343.489、249.077 nm, 通过标准曲线和样品溶液分析, 标准曲线的相关系数均为 $R^2=0.99999$, 但测定样品溶液时, 铂265.945 nm、钯340.458 nm、铑343.489 nm的干扰少, 性背比和灵敏度高, 发射强度稳定。故选择分析谱线为铂265.945 nm、钯340.458 nm、铑343.489 nm。

2.3.3 试液浓度范围和检出限

根据样品中铂、钯、铑含量, 待测试液中浓度范围约为铂0.8~4.6、钯0.6~4.8、铑0.7~8.0 $\mu\text{g/mL}$ 。测定10次空白, 标准偏差 $S_{\text{Pt}}=0.0057$ 、 $S_{\text{Pd}}=0.0014$ 、 $S_{\text{Rh}}=0.0003$, 计算得到检出限(3S)分别为Pt 0.0171 $\mu\text{g/mL}$ 、Pd 0.0042 $\mu\text{g/mL}$ 、Rh 0.0009 $\mu\text{g/mL}$ 。

2.4 方法精密度

分别测定Pt/C、PtCl₂-CuCl₂、Pd/C、PdCl₂-CuCl₂、Pt-Pd/C、Rh/C、RhI₃、RhOPAC、HRhCO(PPh₃)₃、GYZIGL-JX-PtPdRh催化剂不溶渣样品中的铂、钯、铑, 结果列于表5。

表5 样品分析结果

Tab.5 Analytical results of sample

样品	编号	元素	测得值/(g/t)	平均值/(g/t)	RSD/%
Pt/C	SF-140530	Pt	1328, 1359, 1356, 1313, 1312	1334	1.70
Pt/C	JL-Pt-140711	Pt	3702, 3601, 3605, 3651, 3700	3652	1.34
PtCl ₂ -CuCl ₂	SF-140409	Pt	650, 652, 647, 660, 658	653	0.84
Pd/C	JL-Pd-140618	Pd	3838, 3759, 3753, 3846, 3826	3804	1.18
PdCl ₂ -CuCl ₂	SF-140526	Pd	455, 440, 437, 451, 453	447	1.82
Pt-Pd/C	SF-140903	Pt	1196, 1184, 1242, 1205, 1185, 1175, 1202, 1223, 1186	1200	1.78
		Pd	1326, 1335, 1352, 1329, 1302, 1352, 1377, 1330, 1328	1337	1.59

续表 5

样品	编号	元素	测得值/(g/t)	平均值 (g/t)	RSD/%
Rh/C	JL-140828	Rh	3770, 3825, 3859, 3886, 3862	3840	1.17
RhI ₃	JL-140722	Rh	529, 546, 542, 548, 532	539	1.57
RhOPAC	JL-140725	Rh	1112, 1124, 1105, 1156, 1155	1130	2.12
HRhCO(PPh ₃) ₃	JL-140904	Rh	1072, 1046, 1033, 1056, 1049	1051	1.37
	GYZIGL-	Pt	1198, 1193, 1201, 1202, 1176, 1173, 1202, 1212, 1181, 1198, 1200	1194	1.03
PtPdRh 参考样	JX-	Pd	1316, 1331, 1342, 1329, 1312, 1332, 1367, 1337, 1328, 1335, 1342	1334	1.05
	PtPdRh	Rh	6471, 6444, 6396, 6519, 6366, 6429, 6355, 6387, 6517, 6438, 6441	6433	1.00

由表 5 可知, 铂、钯、铑测定含量、相对标准偏差(RSD, $n=5\sim 11$)分别为铂 653~3652 g/t、0.84%~1.78%, 钯 447~3804 g/t、1.05%~1.82%, 铑 539~6433 g/t、1.00%~2.12%。

2.5 方法准确度

分别称取一定量管理样 GYZIGL-JX-PtPdRh, 按 1.2.1 处理后, 移取一定体积试液, 分别加入铂 50~150 μg 、钯 50~150 μg 、铑 200~800 μg 标准溶液, 按 1.2.2~1.2.3 的操作, 计算方法加标回收率, 结果列于表 6。

表 6 样品加标准回收率

Tab.6 Recoveries of standard addition in sample

测定元素	本底值/ μg	加入值/ μg	测得值/ μg	测得标准值/ μg	回收率/%
Pt	75.0	50	123.5	48.5	97.0
Pd	83.5	50	132.0	48.5	97.0
Rh	402	200	598.3	196.3	98.2
Pt	75.0	100	174.4	99.4	99.4
Pd	83.5	100	184.1	100.6	100.6
Rh	402	400	803.7	401.7	100.4
Pt	75.0	150	223.6	148.6	99.1
Pd	83.5	150	231.4	147.9	98.6
Rh	402	800	1196.9	794.9	99.4

由表 6 可知, 方法回收率分别为铂 97.0%~99.4%、钯 97.0%~100.6%、铑 98.2%~100.4%。

3 结论

采用过氧化钠溶解样品操作简便, 溶样完全、快速。碲共沉淀富集铂、钯、铑完全, 与共存离子分离彻底。以碱熔-碲共沉淀法溶解样品, 用

ICP-AES 测定精细化工废催化剂不溶渣样品中铂、钯、铑含量, 结果准确, 分析快速, 满足生产对分析结果准确度的要求。

参考文献:

- [1] 贺小塘, 郭俊梅, 王欢, 等. 中国的铂族金属二次资源及其回收产业化实践[J]. 贵金属, 2013, 34(2): 82-89.
He Xiaotang, Guo Junmei, Wang Huan, et al. Reviews of platinum group metals secondary resource and recycling industries in china[J]. Precious Metals, 2013, 34(2): 82-89.
- [2] 张凤霞, 程佑法, 张志刚, 等. 二次资源贵金属回收及检测方法进展[J]. 黄金科学技术, 2010, 18(4): 75-79.
Zhang Fengxia, Chen Youfa, Zhang Zhigang, et al. Research progress in recovery and monitoring measure of noble metals from secondary resource[J]. Gold Science and Technology, 2010, 18(4): 75-79.
- [3] 李跃光, 陈为亮. 贵金属元素分析中的分离富集技术应用进展[J]. 贵金属, 2012, 33(4): 71-74.
Li Yueguang, Chen Weiliang. Comments on technical progress of separation and concentration for precious metals elemental analysis[J]. Precious Metals, 2012, 33(4): 71-74.
- [4] 林海山, 戴凤英. 铂族金属分析的标准方法概况[J]. 黄金, 2012, 33(4): 55-58.
Lin Haishan, Dai Fengying. Introduction of standard method of PGE assay[J]. Gold, 2012, 33(4): 55-58.
- [5] 韩守礼, 郭俊梅, 谭文进, 等. 双波长等吸收法测定双氧水用废催化剂中钯的含量[J]. 贵金属, 2015, 36(1): 53-57.
Han Shouli, Guo Junmei, Tan Wenjin, et al. Determination of palladium content in spent catalyst for hydrogen peroxide production by dual-wavelength

- equivalent absorbance spectrophotometry[J]. *Precious Metals*, 2015, 36(1): 53-57.
- [6] 王敏, 凌凤香. Pt/SiO₂-Al₂O₃ 催化剂中铂含量测定的方法[J]. *理化检验: 化学分册*, 2008, 44(1): 17-19.
Wang Min, Ling Fengxiang. Determination of platinum in Pt/SiO₂-Al₂O₃ catalyst[J]. *Physical Testing and Chemical Analysis Part B: Chemical Analysis*, 2008, 44(1): 17-19.
- [7] 吕素芳, 倪勇, 傅水玉. 微波消解-火焰原子吸收法测定硅橡胶催化剂中的铂含量[J]. *有机硅材料*, 2010, 24(1): 45-49.
Lv Sufang, Ni Yong, Fu Shuiyu. Determination of platinum content in silicone rubber catalyzer by FASS with microwave digestion[J]. *Silicone Material*, 2010, 24(1): 45-49.
- [8] 叶艳青, 羊波, 杨新周, 等. 微波马弗炉处理-火焰原子吸收光谱法测定废旧电路板中金银铂钯[J]. *冶金分析*, 2012, 32(6): 34-37.
Ye Yanqing, Yang Bo, Yang Xinzhou, et al. Determination of gold, silver, Platinum, palladium in waste circuit boards samples by flame atomic absorption spectrometry with microwave muffle furnace pretreatment[J]. *Metallurgical Analysis*, 2012, 32(6): 34-37.
- [9] 刘伟, 蔡文云, 马媛, 等. 新制和失效催化剂中钯含量的法测定[J]. *贵金属*, 2013, 34(2): 61-63.
Liu Wei, Cai Wenyun, Ma Yuan, et al. Determination of palladium in fresh and spent Pd/C catalyst by ICP-AES[J]. *Precious Metals*, 2013, 34(2): 61-63.
- [10] 郭焕如, 杨苏平, 黄贤平. 微波消解 ICP 法测定钯碳催化剂中钯含量的方法: 中国, ZL200710022937.9[P]. 2010-12-22.
- [11] 董守安. *现代贵金属分析*[M]. 北京: 化学工业出版社, 2006. 20-26, 293-310.
- [12] 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): 67-71.
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): 67-71.
- [13] 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.
- [14] 方卫, 赵云昆, 马媛, 等. 汽车催化剂中铂钯铑的一种分离富集测定方法: 中国, CN101666751.B[P]. 2011-04-27.
- [15] 任曼, 邓海琳, 龚国洪, 等. 分离富集金、铂、钯的碲共沉淀物研究[J]. *冶金分析*, 2005, 25(3): 13-15.
Ren Man, Den Hailin, Gong Guohong, et al. Study on Te-coprecipitates for separation and preconcentration of gold, platinum, palladium[J]. *Metallurgical Analysis*, 2005, 25(3): 13-15.
- [16] 施意华, 王晟, 杨仲平, 等. 火焰原子吸收光谱法测定尾气净化金属载体催化剂中铂钯铑[J]. *冶金分析*, 2012, 32(3): 14-19.
Shi Yihua, Wang Sheng, Yang Zhongping, et al. Determination of platinum, palladium, rhodium in metal carrier catalyst for exhaust gas purification by flame atomic absorption spectrometry[J]. *Metallurgical Analysis*, 2012, 32(3): 14-19.
- [17] 黎林, 雷双双, 陈云霞. 微波消解-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定车用催化剂中贵金属[J]. *冶金分析*, 2012, 32(9): 51-54.
Li Lin, Lei Shuangshuang, Chen Yunxia. Microwave digestion-inductively coupled plasma atomic emission spectrometry for determination of precious metal in vehicle-used catalytic converters[J]. *Metallurgical Analysis*, 2012, 32(9): 51-54.
- [18] 何一芳, 张学彬. 共沉淀分离富集-ICP-AES 法测定铜灰渣中金、铂、钯[J]. *贵金属*, 2014, 35(2): 59-63.
He Yifang, Zhang Xuebin. Determination of gold, platinum, palladium in copper slag by ICP-AES with coprecipitation separation and enrichment[J]. *Precious Metals*, 2014, 35(2): 59-63.
- [19] 黄珍玉, 张勤, 胡克, 等. 共沉淀-感耦等离子体质谱法测定地质样品中的超痕量金铂钯[J]. *光谱学与光谱分析*, 2003, 23(5): 962-964.
Huang Zhenyu, Zhang Qin, Hu Ke, et al. Determination of ultra-trace Au, Pd and Pt in geochemical samples by co-precipitation ICP-MS[J]. *Spectroscopy and Spectral Analysis*, 2003, 23(5): 962-964.