

# 火试金富集-石墨炉原子吸收光谱法测定 阳极泥中的微量铂和钯

龚昌合

(金隆铜业有限公司 安徽省铜陵市金山路 1 号 244021)

摘 要 试样经火试金法富集后, 贵金属合粒用  $\text{HCl-HNO}_3$  溶解, 用石墨炉原子吸收光谱法直接测定阳极泥中的微量铂和钯。该方法的加标回收率为: Pt 94%—108%、Pd 95.8%—104.4%。方法简便、快速。

关键词 火试金, 石墨炉原子吸收光谱法, 阳极泥, 铂, 钯。

中图分类号: O 657.31 文献标识码: B 文章编号: 1004-8138(2006)05-1009-03

## 1 前言

本文研究使用经典的火试金富集后, 再用石墨炉原子吸收光谱法测定铜阳极泥中的铂和钯的方法。经过实验证明: 经火法试金富集后, 共存元素分离较完全, 基体效应较小, 实现铂、钯连续测定, 准确度和精密度较好, 且操作方便, 方法易掌握。

## 2 实验部分

### 2.1 仪器与主要试剂

AA-6701F 石墨炉原子吸收光谱仪(日本岛津公司), 铂、钯单元素空心阴极灯, AT-460 型电子天平(瑞士梅特勒公司), NLX-25-13 型高温箱式电阻试金炉(南京电炉厂)。

Pt 标准储备液<sup>[1]</sup> 1mg/mL: 称取 0.249g 氯铂酸钾, 溶于水, 移入 100mL 容量瓶中稀释至刻度; Pd 标准储备液<sup>[1]</sup> 1mg/mL: 称取 1.666g 预先在 105—110 °C 干燥 1h 的氯化钯, 加入 30mL 盐酸溶液(20%) 溶解, 移入 1000mL 容量瓶中, 稀释至刻度。单元素标准液为 1mg/mL, 15% 盐酸介质。实验所有试剂均为优级纯, 实验用水为高纯水。工业氧化铅(不含铂和钯)。

### 2.2 仪器工作条件

见表 1。

表 1 仪器工作条件

元素	灯电流 (mA)	光谱通带 (nm)	波长 (nm)	干燥温度 (°C)	干燥时间 (s)	灰化温度 (°C)	灰化时间 (s)	原子化温度 (°C)	原子化时间 (s)
Pt	14	0.5	265.9	120	30	750	15	2400	3(停气)
Pd	10	0.5	247.6	120	30	750	15	2600	3(停气)

### 2.3 实验方法

试样与适量的熔剂混合均匀于试金炉内熔融, 以铅捕集金、银和铂、钯等贵金属进入铅扣, 铅扣

联系人, 传真: (0562) 3868679; E-mail: gch@jinlongcopper.com

作者简介: 龚昌合(1969—), 男, 江苏省徐州市人, 工程师, 从事光谱仪器分析及其它仪器分析的研究及应用。

收稿日期: 2006-06-16; 接受日期: 2006-06-26

经灰吹后成为贵金属合粒,合粒用  $\text{HCl}$ 、 $\text{HNO}_3$  溶解后,溶液用石墨炉原子吸收光谱法在波长 247.6nm 处测定钯,在 265.9nm 处测定铂。

### 3 结果与讨论

#### 3.1 熔剂配料的选择<sup>[2]</sup>

根据试样的氧化还原能力以及试样的组成成分,经过做渣型及流动性、铅扣的重量等试验,确定配料方案:(单位 g)样品 2.000、碳酸钠 20、氧化铅 80、二氧化硅 7.5、硼砂 10、淀粉 3、氯化钠少许。

#### 3.2 火试金富集

按照配料表称取试剂和试样放入黏土坩锅中,放入已升温到 900 的试金炉中,在 60min 内升温到 1100,保温 15min。取出坩锅,将熔融物料倒入铸铁模中,冷却后取出铅扣。将铅扣放入灰皿中,在 880 进行灰吹,灰吹完毕后取出合粒,锤成薄片放入 100mL 烧杯中。

#### 3.3 溶解试验

向烧杯中加入 10mL 冰乙酸,于电炉上加热煮沸 10min,倒出溶液并洗净;然后加入 3mL 硝酸,低温加热溶解,反应停止后再加热 5—10min,加入 10mL 盐酸低温加热溶解 25—30min,用水清洗,滴加 3—4 滴 10% 氯化钠,放水浴锅上蒸干,再加入 3mL (1+1) 盐酸,在水浴上蒸干 2 次。然后用 8.4mol/L 盐酸 20mL 加热溶解,以 15% 盐酸定容 100mL。

#### 3.4 灰化温度和原子化温度<sup>[3]</sup>

灰化温度:试验结果表明,铂和钯适宜灰化温度为 600—800,因此灰化温度选择为 750。

原子化温度:经考察,钯的灵敏度随原子化温度的升高而增加,在 2500—2700 都可用于测定,于是选择 2600 为钯的原子化温度。经过试验选择 2400 为铂的原子化温度。

#### 3.5 测定介质

经过实验考察了硝酸、盐酸、王水 3 种介质对测定结果的影响,发现硝酸对钯的测定有影响,较高浓度的硝酸使钯的灵敏度下降,盐酸介质浓度对测定结果无明显的影响,所以选择了 15% 的盐酸介质。

#### 3.6 分析步骤

样品按火试金富集(3.2)和溶解试验(3.3)操作后,试液冷却到室温,移入 100mL 容量瓶中,以 15% 盐酸定容,摇匀,按照仪器工作条件和测定程序进行标准系列和样品的测定。

标准系列:将铂和钯 0.0010、0.0030、0.0050、0.0100 $\mu\text{g}$  移入 100mL 容量瓶中,以 15% 盐酸定容。

#### 3.7 加标回收实验

将铂和钯标准加入到配好料的试金坩锅中,在电炉上低温烘干,然后按照分析步骤进行分析操作,测定铂和钯含量,计算其回收率(见表 2)由表中的数据可以看出,本方法的回收率较好,满足分析的需求。

表 2 加料回收试验

样品名称	(μg/g)					
	样品A		样品B		样品C	
	Pt	Pd	Pt	Pd	Pt	Pd
样品含量	13.2	92.1	4.8	26.9	0.6	2.8
加入量	5.0	50.0	5.0	50.0	5.0	50.0
加入后计算量	18.2	142.1	9.8	76.9	5.6	52.8
分析结果	18.5	140.5	9.5	79.1	6.0	54.0
回收率(%)	106	95.8	94	104.4	108	102.4

### 3.8 精密度实验

为检验本方法的精密度, 对 3 个未知样品分别进行 5 次分析测定, 其结果见表 3。由表中的数据可以看出, 本方法的重现性较好。

表 3 精密度试验 (μg/g)

样品名称	样品 1		样品 2		样品 3	
	Pt	Pd	Pt	Pd	Pt	Pd
测定结果	12.4, 12.9, 13.1, 13.5, 13.9	89.9, 91.3, 92.1, 93.1, 94.0	4.7 × 2, 4.8 × 2, 5.0	26.6 × 2, 26.8, 27.1, 27.5	0.5, 0.6 × 3, 0.7	2.6 × 2, 2.7, 2.9, 3.1
平均值	13.2	92.1	4.8	26.9	0.6	2.8
RSD (%)	4.35	1.72	2.55	1.42	11.78	7.80

### 参考文献

- [1] 中华人民共和国国家标准 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备[S]. GB 602- 88 北京: 中国标准出版社, 1988
- [2] 中华人民共和国行业标准 铜、铅电解阳极泥化学分析方法[S]. YS/T 88—1995 北京: 中国标准出版社, 1995
- [3] 中华人民共和国国家标准 无火焰(石墨炉)原子吸收光谱法通则[S]. GB 1072—89 北京: 中国标准出版社, 1989

## Determination of the Trace Platinum and Palladium in Anode Neutralization by GFAAS and Preconcentration with Fire Assaying

GONG Chang-He

(Jinlong Copper Co L td. , Tongling, Anhui 244021, P. R. China)

**Abstract** Sample was preconcentrated by fire assaying. Precious metals alloy was dissolved by nitric acid and hydrochloric acid. The trace platinum and palladium in anode neutralization were determined by GFAAS. The recoveries are in the range of 94%—108% for Pt and 95.8%—104.4% for Pd, respectively. The method is simple and rapid.

**Key words** Fire Assaying, GFAAS, Anode Neutralization, Platinum, Palladium.

### 《光谱实验室》实际售价连续 3 年下降

由于投稿数量不断增加, 为了保证出版周期, 《光谱实验室》从 2006 年第 1 期开始, 在 2005 年的基础上, 每期正文增加页码 16 页, 而售价保持不变:

2003 年售价: 20 元/册, 页码为 160 页/册, 平均 0.125 元/页;

2004 年售价: 25 元/册, 页码为 208 页/册, 平均 0.120 元/页。

2005 年售价: 25 元/册, 页码为 224 页/册, 平均 0.112 元/页。

2006 年售价: 25 元/册, 页码为 240 页/册, 平均 0.104 元/页。

因此, 实际售价连续 3 年下降。

《光谱实验室》编辑部