

检测分析

采用 ICP-OES 方法测定高银硝酸分解液与沉钯后液中铂、钯

李红湘, 蔡亚飞, 揭辉, 舒巧月, 胡玲, 谢四杰

(湖南水口山有色金属有限责任公司, 湖南 衡阳 421513)

[摘要] 铂、钯属于重要的贵金属,与其他金属伴生,常可在电解银过程中进行回收。某冶炼企业在生产银产品过程中,需要对高银硝酸分解液和沉钯后液进行铂、钯测定以控制生产。电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)具有灵敏度高、检出限低、线性范围广、可同时检验多种元素、快速准确等优点,近年应用较广,但目前文献中还没有应用到对高银硝酸分解液和沉钯后液中铂、钯的测定。本文采用 ICP-OES 方法对高银硝酸分解液与沉钯后液中的铂、钯进行了测定试验,对比了高银基体干扰、有机沉钯剂干扰、火法试金富集、不同酸介质等试样的测定结果,得出以下结论:基体干扰现象不明显,无需分离银基体;有机物沉钯剂对测定结果无影响;硫酸黏稠度较大,使得测定结果有所偏差,最佳消解方法应为硝酸体系消解;火法试金富集方法因合粒含银高,所得值钯偏低 30%,铂偏低 38%,损耗较大;采用硝酸体系消解,并采用 ICP-OES 方法测定高银硝酸分解液与沉钯后液中铂、钯,加标回收率在 95%~105% 以内,相对标准偏差低于 5%,测定结果稳定、可靠。试验表明,该法操作便捷,无需发烟、过滤、火法试金等繁琐步骤,实用性强,可用于稀贵钯回收项目中高银硝酸分解液与沉钯后液中铂、钯的实际分析工作。

[关键词] 高银硝酸分解液;沉钯后液;铂、钯测定;ICP-OES;火法试金富集法;高银基体干扰;有机沉钯剂干扰

[中图分类号] TF03 **[文献标志码]** A **[文章编号]** 1672-6103(2023)02-0081-07

DOI: 10.19612/j.cnki.cn11-5066/tf.2023.02.011

铂、钯属于重要的贵金属,常被当作催化剂广泛应用于汽车和化工领域^[1-2]。我国钯资源极其匮乏,主要来源为进口和二次资源利用。对于冶炼企业而言,有效回收铂钯能够实现优化生产工艺、降本增效的经营目标,对企业发展有良好影响^[3]。某冶炼企业稀贵厂在银冶炼过程中对钯进行了二次回收富集,主要是对电解银中钯进行回收,因钯易参与银的电解富集,对其回收不仅将钯资源得到重复利用,

同时可提高银产品品质。因此在电解银过程中对钯的控制分析尤为重要^[4]。

常见对钯的测定方法有火法试金富集法^[5-7],此法是富集贵金属的传统方法,但在火法富集冶炼过程中易产生重金属毒害气体,且富集效果不理想,使得检测结果不够精确。此外还有仪器法,如分光光度法^[8-10],火焰原子吸收光谱法^[11],石墨炉原子吸收光谱法 GF-AAS^[12-14],电感耦合等离子体发射光谱法 ICP-OES^[15-18],电感耦合等离子体质谱法 ICP-MS 等^[19]。其中分光光度法操作简便、快速,但测定结果较为粗略;另 4 种仪器法各都有自身的优、缺点。火焰原子吸收光谱法单次只能测定一种元素,测定速度慢;石墨炉原子吸收光谱法检出限低,装备复杂且背景干扰高;ICP-MS 法因检出限低,对仪器及操作条件、操作人员要求较高,运行成本也较

[收稿日期] 2022-11-21

[第一作者] 李红湘(1994—),女,湖南衡阳人,硕士研究生,从事矿产资源综合利用与无机分析方法研究工作。

[基金项目] 水口山有色金属有限责任公司青年基金项目(2021)。

[引用格式] 李红湘,蔡亚飞,揭辉,等.采用 ICP-OES 方法测定高银硝酸分解液与沉钯后液中铂、钯[J].中国有色冶金,2023,52(2):81-87.

高,推行度不高;ICP-OES 利用原子发射特征谱线所提供的信息进行元素分析,具有灵敏度高、检出限低、线性范围广、可同时检验多种元素、快速准确的优点,而且相对于 ICP-MS 成本较低,操作简单,近年应用较广。

本文所测物料来源于该冶金企业稀贵车间的研发处理样,其中高银硝酸分解液为回收钯的原料液体,富含高银(10~20 g/L)及含量 10^{-6} 级铂钯,加入沉钯剂可回收钯,所得液体即为沉钯后液,富含高银及微量铂钯。经调研,目前高银含铂钯液这类冶金工艺中间产物在分析检测行业尚无可鉴标准,也无前人研究资料。应行业发展及生产需求,建立高银硝酸分解液与沉钯后液中铂、钯的测定方法,可填补国内高银含铂钯液的分析检测方法上的空白,具有十分重要的意义。

本文对高银硝酸分解液与沉钯后液中铂、钯进行了测定,对比了基体干扰、有机沉钯剂干扰、火法试金富集、不同酸介质等试样的消解条件试验,所测物料来源于该冶金企业稀贵车间的研发处理样,还对比了火法试金富集铂钯验证试验,并对最佳分析方法采用精密度和加标回收试验进行了可行性验证。

1 分析原理

1.1 电感耦合等离子体发射光谱法 ICP-OES 检测原理

ICP-OES 归属于原子发射光谱法,在地质矿山、冶金、农业、环保等无机分析行业应用广泛。其检测原理为:待测液体样经蠕动泵吸入,由载气引入雾化室形成气溶胶,在工作氩气电离形成的高温等离子

体光源中离解为气态原子、离子,原子从激发态返回基态时产生辐射,发射出所含元素的特征谱线,根据特征谱线的强度确定样品中相应元素的含量。

1.2 火试金富集原理

当样品成分复杂、难以酸解完全,或考虑杂质元素影响时,可采取火试金富集法,原理为:样品与固体试剂混合后高温熔融,其中的贵金属(如金银铂钯等)会与铅形成铅扣(铅合金),并因比重重大下沉至底部,其他杂质大部分则与所加固体试剂形成硅酸盐等熔渣上浮,从而达到分离富集作用;再将所得铅扣置于多孔灰皿中于高温下灰吹,其中铅形成氧化铅渗透于灰皿中,贵金属难以氧化而形成合粒留存,至此完成富集除杂。

1.3 酸解原理

一般来说,液体样在检测之前,为使其成分稳定或不受某一因素干扰,会根据其本身组分选择一定的预处理方法来改变物理或化学性质,类如重金属液体样常加盐酸或硝酸酸化处理,以减少沉淀或吸附。而硫酸因其硫酸根容易与金属离子形成沉淀,且硫酸为油状黏稠液,以其为介质在使用 ICP 测定时会影响雾化效果,从而影响测定结果,因此一般不用作消解试剂,但硫酸可用于破坏试样中的有机物^[20]。因沉钯后液含有机沉钯剂,本文进行了硫酸消解试验,以及盐酸消解去除银基体与硝酸不去除银基体等对比试验。

2 试验部分

2.1 试验设计

试验设计见图 1。

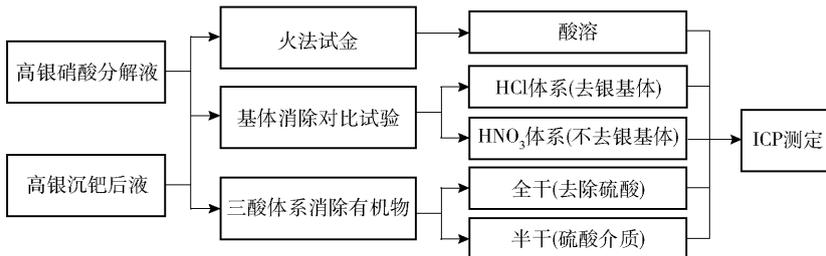


图 1 试验设计

Fig. 1 Test design

2.2 主要仪器及工作条件

ICP-OES 型号为美国 Thermo 电感耦合等离子体发射光谱 7400,工作条件见表 1。根据谱线库中被测元素的谱线干扰和强度等信息,选用强度较大

的谱线作为预选分析线,用不同浓度的铂、钯标准溶液进行扫描峰叠加,选择干扰少且信倍比高的谱线作为分析线,最终确定铂、钯分析谱线分别为 214.423 nm、340.458 nm。

表1 仪器工作条件

Table 1 Working conditions of the instruments

工作指标	功率/ W	雾化室气流量/ (L·min ⁻¹)	观测高度/ mm	泵流量/ (mL·min ⁻¹)	等离子体流量/ (L·min ⁻¹)	辅助气流量/ (L·min ⁻¹)	积分 时间/s	观测方式
数值	1 300	0.80	15	1.50	15	0.20	30	垂直

2.3 主要试剂

1) 优级纯试剂: 盐酸($\rho = 1.17 \text{ g/mL}$)、硝酸($\rho = 1.42 \text{ g/mL}$)、硫酸($\rho = 1.84 \text{ g/mL}$)。

2) 分析纯试剂: 碳酸钠、氧化铅、二氧化硅、硼砂、淀粉、冰乙酸。

3) 钯、钼标准母液: $1\ 000 \mu\text{g/mL}$ 。

4) 试验用水均为纯净水。

2.4 试验方法

本试验待测物料: 2瓶高银硝酸分解液样品, 分别编号1[#]、2[#]; 2瓶高银沉钯后液样品, 分别编号3[#]、4[#]。

为探究有机物沉钯剂对测定结果的影响, 沉钯后液不仅探究了盐酸、硝酸体系、高银基体干扰, 还探究了以硫酸发烟破坏有机沉钯剂干扰的2种条件试验(全蒸干与半蒸干); 硝酸分解原液不仅采用盐酸、硝酸体系探究了高银基体干扰与否问题, 还探究了火法试金富集后再酸溶采用ICP-OES检测的对比试验。因此, 试验分不同方法和步骤进行。

1) 高银基体干扰试验和三酸体系试验。分别量取5 mL待测液多份于不同的250 mL烧杯中, 按不同酸介体系, 分别加硝酸5 mL、盐酸8 mL、三酸体系(硝酸5 mL, 盐酸8 mL, 硫酸4 mL), 并置于石墨炉电热板上小火加热消解。其中, 三酸体系需将杯中液体蒸至全干(湿盐状)与半干(少量液体)两种状态。溶液消解完全后, 冷至室温, 转移至100 mL容量瓶, 加水稀释至刻度线, 摇匀待测(因待测液中含有高银, 有盐酸的体系需定容后过滤)。

2) 火法试金试验。移取待测液10 mL(因钯钼含量较低会影响富集效果, 相比前者需双倍移取), 依据试金法按一定配比进行配料(碳酸钠、红丹、硼砂、二氧化硅、淀粉), 将配好的料置于 $1\ 100 \text{ }^\circ\text{C}$ 试金炉熔炼1 h后, 将获得的铅扣置于 $850 \text{ }^\circ\text{C}$ 灰吹炉40 min即可获得试金合粒。采用稀醋酸、水依次清洗后, 需先加稀硝酸溶解银和钼及部分钯, 待反应完全后再加王水溶解钯, 加热至溶解完全, 冷至室温, 转移至100 mL容量瓶, 加水稀释至刻度线, 摇匀, 过

滤待测。

3 结果与讨论

3.1 标准工作曲线

分别取钯、钼母液10 mL于100 mL容量瓶, 以5%硝酸定容至刻度线, 此溶液为中间液, 浓度为 $100 \mu\text{g/mL}$ 。分别取中间液0、2 mL、4 mL、6 mL、8 mL于100 mL容量瓶配制钯和钼混合标准溶液, 以5%硝酸定容至刻度线, 钯和钼的质量浓度分别为 $0、2 \mu\text{g/mL}$ 、 $4 \mu\text{g/mL}$ 、 $6 \mu\text{g/mL}$ 、 $8 \mu\text{g/mL}$ 。按照样品的测定条件对其进行测定, 以检测信号(S)IR为y轴, 质量浓度为x轴, 绘制校准曲线见图2; 校准曲线的相关系数见表2。对空白溶液中钯和钼连续测定9次, 以其结果的3倍标准偏差对应的浓度值计算检出限, 结果见表2。

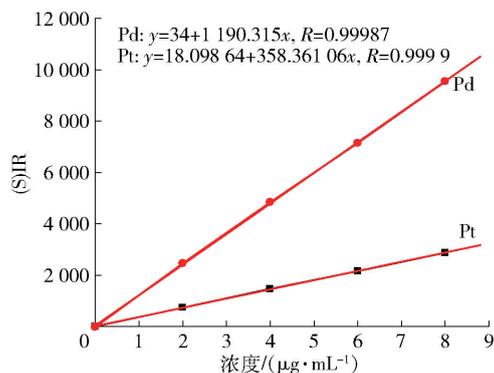


图2 Pd、Pt标准曲线

Fig. 2 Standard curve of Pd, Pt

表2 相关系数和检出限

Table 2 Correlation coefficient and detection limit

元素	分析谱线	相关系数	线性范围	检出限
Pd	340.458 nm	0.9998	(2~8) $\mu\text{g/mL}$	0.0015 $\mu\text{g/mL}$
Pt	214.423 nm	0.9999	(2~8) $\mu\text{g/mL}$	0.0010 $\mu\text{g/mL}$

3.2 前处理条件的选择

根据2.4的不同试验方法进行分析检测试验, 测得结果见表3。

表3 分析结果

Table 3 Analysis results of each test

分析元素	硝酸分解液硝酸体系		沉钯后液硝酸体系		沉钯后液-三酸体系半干		试金富集
	1 [#]	2 [#]	3 [#]	4 [#]	3 [#]	4 [#]	2 [#]
	μg/mL						
钯	13.89	14.21	14.38	14.12	13.92	13.47	20.26
铂	2.176	2.267	2.227	2.196	2.101	2.062	2.834
分析元素	硝酸分解液盐酸体系		沉钯后液盐酸体系		沉钯后液-三酸体系全干		外检送样
	1 [#]	2 [#]	3 [#]	4 [#]	3 [#]	4 [#]	2 [#]
	μg/mL						
钯	14.18	14.56	14.42	14.45	14.28	14.26	14.52
铂	2.157	2.227	2.183	2.174	2.154	2.138	2.074

硝酸分解液与沉钯后液均为高银体系,1[#]~4[#]样品银含量依次为 26.82 g/L、21.20 g/L、20.90 g/L、19.07 g/L。由表3数据可知,盐酸、硝酸及三酸全干体系对各溶液中 Pd、Pt 的测定无较大影响,Pd 所得数据差值在 0.2×10^{-6} 以内,基本一致,说明有机物沉钯剂的破坏与否对测定无影响;通常高浓度的基体成分可能引起待测元素在 ICP-OES 测定时会引发待测元素的蒸发、原子化、电离行为的改变,且待测元素的光谱会在强基体的发射下产生被干扰现象,从而影响样品的测定,但在本次试验盐酸体系中,高银基体被消除与否对测定数据影响不大;而在三酸半干体系中,所测 Pd 值相对偏低,可能原因是硫酸未完全蒸干,从而存在硫酸介质,而硫酸

溶液介质相对于盐酸、硝酸黏稠度更大,影响待测液雾化效果。双倍移取硝酸分解原液经火法试金富集后再酸溶后分析检测,所测结果同比其他体系,钯所得值偏低 30%,铂偏低 38%,损耗较大,原因可能为:①铅试金对铂钯的富集效果不佳;②试金高温造成部分铂钯挥发;③氯化银沉淀包附在未完全溶解的合粒上,形成钝化层,导致铂钯溶解不完全^[6]。综上所述,硝酸体系操作简单,无需发烟、过滤、富集,但需进一步验证数据可靠性。

3.3 精密度和加标回收试验

根据方法需求,本试验对 2[#]硝酸分解液与 4[#]沉钯后液进行钯、钯平行测定试验 3 次,并进行加标回收验证,所得数据如表 4 所示。

表4 加标回收试验分析结果

Table 4 Analysis results of standard recovery test

分析项	硝酸分解液硝酸体系-2 [#]						沉钯后液-4 [#]					
	钯			铂			钯			铂		
	加标 0 ppm	加标 5 ppm	加标 10 ppm	加标 0 ppm	加标 1 ppm	加标 2 ppm	加标 0 ppm	加标 5 ppm	加标 10 ppm	加标 0 ppm	加标 1 ppm	加标 2 ppm
测定均值/(μg·mL ⁻¹)	14.21	19.12	24.33	2.267	3.218	4.219	14.12	19.34	24.45	2.196	3.157	4.158
回收率/%	—	98	101	—	95	98	—	104	103	—	96	98
相对标准偏差(RSD%, n=3)	0.945	2.842	0.290	0.872	0.751	0.351	0.627	1.034	2.924	0.556	1.640	0.410

3.4 火法试金富集铂钯的验证试验

在本文 3.2 前处理条件的选择中,发现经火法试金富集同比盐酸、硝酸及三酸全干三种体系,钯所得值偏低 30%,铂偏低 38%。为验证损耗原因,根据 2.4 的火法试金液体样中铂、钯含量设计验证试验:称取一定量铂、钯高纯样品(>99.999%),按 2.4 试验方法获得火法试金合粒,先加稀硝酸溶解钯及部

分铂,待反应完全后再加水溶解铂,最后上机测定。试验数据如表 5 所示。

表 5 数据表明,随着铂钯含量加大,回收率趋于降低,铂钯整体回收率在 94%~109% 之间,铅试金对铂钯的富集效果较好。根据本文 3.2 前处理条件的选择以及本节 3.4 火法试金富集铂钯的验证试验可知:①在含银铂钯的溶液中加入盐酸介质使银

表5 火法试金富集铂钯的验证试验

Table 5 Verification test for determination of platinum and palladium by fire assay enrichment

分析项	试验 I		试验 II		试验 III	
	Pd	Pt	Pd	Pt	Pd	Pt
称样量/g	0.003 0	0.001 0	0.007 0	0.001 2	0.012 0	0.002 2
测定值/ ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	31.27	10.94	68.74	12.93	113.3	22.13
回收率/%	104	109	98	107	94	100

沉淀这一过程并不会吸附或包裹铂钯;②造成3.2火法试金前处理条件中铂钯损耗的原因实则为含银试金合粒中的银在先加入的硝酸环境中溶解,后遇氯形成氯化银沉淀包附在未完全溶解的合粒上,形成钝化层,因其为痕量从而显示溶解完全,影响测定结果。

4 结论

本文采用ICP-OES方法对高银硝酸分解液与沉钯后液中铂、钯进行了测定,对比了基体干扰、有机沉钯剂干扰、火法试金富集、不同酸介质等试样的消解条件与测定结果,得出以下结论。

1) 高银基体干扰试验。试验证明以盐酸沉淀分离银电解液中的银基体,与硝酸体系的不分离银基体的Pd所得数据差值在 0.2×10^{-6} 以内,测定结果基本一致,说明基体干扰现象不明显,无需分离银基体。

2) 硫酸半干与全干发烟试验。全干发烟试验对比盐酸、硝酸体系,可知有机物沉钯剂的破坏与否对测定结果无影响;在半干体系中,所测Pd值相对其他3个体系结果偏低,可能原因是硫酸未完全蒸干,从而存在硫酸介质,而硫酸溶液介质相对于盐酸、硝酸黏稠度更大,在ICP-OES测定中会影响待测液雾化效果,使得测定结果有所偏差,因此最佳消解方法应为硝酸体系消解。

3) 火法试金富集法试验。火法试金富集法相比盐酸、硝酸及三酸全干湿法消解3种体系,所测定的钯含量偏低30%,铂含量偏低38%,损耗较大。

4) 经火法试金富集再测定铂钯的验证试验表明:①铅试金对铂钯的富集效果较好;②在含银铂钯的溶液中加入盐酸介质使银沉淀这一过程不会吸附或包裹铂钯;③在含银试金合粒溶解过程中加入盐

酸介质会形成氯化银沉淀包附在未完全溶解的合粒上,形成钝化层。

5) 采用硝酸体系消解并采用ICP-OES方法测定高银硝酸分解液与沉钯后液中铂、钯,加标回收率为95%~105%,相对标准偏差低于5%,测定结果稳定、可靠。

该法操作便捷,无需发烟、过滤、火试金等繁琐步骤,实用性强,可用于稀贵钯回收项目中高银硝酸分解液与沉钯后液中铂钯的实际分析工作,具有推广应用价值。

[参考文献]

- [1] 张冰. 钯选择性吸附剂的制备及吸附行为研究[D]. 昆明: 昆明理工大学, 2019.
ZHANG Bing. Preparation and adsorption behavior of palladium selective adsorbent[J]. Kunming: Kunming University, 2019.
- [2] Mohsen Keyvanfar, Behzad Rezaei, Khadijeh Alizad. Ultra-trace determination of palladium(II) by spectrophotometric flow injection analysis[J]. Analytical and Bioanalytical Chemistry Research, 2017, 4(1): 11-20.
- [3] 王青丽, 崔亚军, 苏晨曦, 等. 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定铂钯渣中铂、钯含量[J]. 中国无机分析化学, 2020, 10(5): 63-66.
WANG Qingli, CUN Yajun, SU Chenxi, et al. Determination of platinum and palladium in Pt-Pd slag by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2020, 10(5): 63-66.
- [4] 魏巍. 银电解液中钯的测定[J]. 文山学院学报, 2016, 29(6): 31-34.
WEI Wei. Determination of palladium in silver electrolyte[J]. Journal of Wenshan University, 2016, 29(6): 31-34.
- [5] 陈林. 铅试金富集—电感耦合等离子体发射光谱法测定铜冶金浸出渣中微量铈、铂和钯[J]. 中国有色冶金, 2016, 45(2): 76-78.
CHEN Lin. Determination of trace rhodium, platinum and palladium in copper metallurgical leaching residue by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry after lead fire assay pre-concentration[J]. China Nonferrous Metallurgy, 2016, 45(2): 76-78.
- [6] 诸堃, 毛英. 小铅试金富集-ICP-MS法测定地球化学样品中的铂和钯[J]. 贵金属, 2017, 38(3): 61-65.
ZHU Kun, MAO Ying. Determination of platinum and palladium in geochemical samples by inductively coupled plasma mass spectrometry with mini-fied lead fire assay[J]. Precious Metals, 2017, 38(3): 61-65.
- [7] 谢大伟, 周童, 索云肖. 火试金法测定硝酸氧化炉灰及催化剂中铂、钯的测定方法研究[J]. 中国资源综合利用, 2019, 37(4): 155-158.
XIE Dawei, ZHOU Tong, SUO Yunxiao. Determination of plati-

- num and palladium in nitric oxidation furnace ash and catalyst by fire test method[J]. China Resources Comprehensive Utilization, 2019, 37(4): 155-158.
- [8] Luiz R M Pitombo, Ermelindo Flumignan. Spectrophotometric determination of palladium with sodium ethylene-bis-selenoglycolate [J]. Analytical Letters, 1988, 21(7): 1259-1272.
- [9] Tatsutoshi Kanetake, Makoto Otomo. Extractive spectrophotometric determination of palladium with Di-2-pyridylmethanone 2-(5-Nitro) pyridylhydrazone[J]. Analytical Sciences, 2006, 4(4): 411-415.
- [10] 江燕妮. 分光光度法测定钛合金中钯含量[J]. 山东化工, 2017, 46(11): 93-94, 97.
JIANG Yanni. Determination of palladium content in titanium alloy by spectrophotometry [J]. Shandong Chemical Industry, 2017, 46(11): 93-94, 97.
- [11] ZHOU Fangqin, QIAN Liangyou, LI Gaiyun, et al. On-line flow injection preconcentration of palladium in environmental waters using a microcolumn packed with silica nanoparticles modified by γ -aminopropyltriethoxysilane and determination by flame atomic absorption spectrometry[J]. Analytical Letters, 2014, 47(4): 543-555.
- [12] Pei Liang, Ehong Zhao, Feng Li. Dispersive liquid-liquid micro-extraction preconcentration of palladium in water samples and determination by graphite furnace atomic absorption spectrometry [J]. Talanta, 2008, 77(5): 1854-1857.
- [13] 官东超. 石墨炉原吸收光谱法测定化探样品中超痕量钯钼 [J]. 物探与化探, 2018, 42(5): 1054-1058.
GUAN Dongchao. The application of graphite furnace atomic absorption spectrometry to determination of ultra-trace platinum and ultra-trace palladium in rock ore [J]. Geophysical and Geochemical Exploration, 2018, 42(5): 1054-1058.
- [14] 毛香菊, 刘璐, 肖芳, 等. 铈镍试金-微波消解-高分辨率连续光源石墨炉原子吸收光谱法测定岩石矿物中超痕量钯钼钨铋[J]. 冶金分析, 2020, 40(3): 1-8.
MAO Xiangju, LIU Lu, XIAO Fang, et al. Determination of ultra-trace platinum, palladium, ruthenium, rhodium and iridium in rocks and minerals by high resolution continuum source graphite furnace atomic absorption spectrometry with nickel sulfide fire assay enrichment and microwave digestion[J]. Metallurgical Analysis, 2020, 40(3): 1-8.
- [15] 庞晓辉, 高颂, 梁航, 等. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定催化剂中钯钼元素 [J]. 分析仪器, 2020(3): 60-62.
PANG Xiaohui, GAO Song, LIANG Kang, et al. Determination of platinum and palladium in catalyst by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry[J]. Analytical Instrumentation, 2020(3): 60-62.
- [16] Mithlesh Rajput, Vinay Kumar Jain, Hinna Hamid, et al. Quantitative determination of platinum and palladium in donepezil hydrochloride using inductively coupled plasma-optical emission spectroscopy[J]. International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences, 2014, 7(2): 323-329.
- [17] B Siva Sai Kiran, S Raja. Determination of palladium content in nebigolol HCl bulk drug by ICP-OES [J]. Asian Journal of Chemistry, 2017, 30(1): 73-75.
- [18] 段爱霞, 李希凯, 赵勇, 等. 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定高镍铜液体样品中金、铂、钯[J]. 中国无机分析化学, 2022, 12(3): 134-138.
DUAN Aixia, LI Xikai, ZHAO Yong, et al. Determination of gold palladium and platinum in high nickel and copper liquid samples by ICP-AES[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2022, 12(3): 134-138.
- [19] 刘军, 闫红岭, 连文莉, 等. 封闭溶矿-电感耦合等离子体质谱法测定地质样品中金银钯钼 [J]. 冶金分析, 2016, 36(7): 25-33.
LIU Jun, YAN Hongling, LIAN Wenli, et al. Determination of gold, silver, platinum and palladium in geological samples by inductively coupled plasma mass spectrometry with sealed dissolution [J]. Metallurgical Analysis, 2016, 36(7): 25-33.
- [20] 周心如, 杨俊佼, 柯以侃. 化验员读本[M]. 第五版. 北京: 化学工业出版社, 2019, 10.
ZHOU Xinru, YANG Junjiao, KE Yikan. Laboratory Reader's Book [M]. Fifth Edition. Beijing: Chemical Industry Press, 2019, 10.

Detection of platinum and palladium in high-silver nitric acid decomposition solution and palladium precipitated liquid by ICP-OES method

LI Hongxiang, CAI Yafei, JIE Hui, SHU Qiaoyue, HU Ling, XIE Sijie

(Hunan Shuikoushan Nonferrous Metals Co. Ltd, Hengyang 421513, China)

Abstract: Platinum and palladium are important precious metals, which are often recovered in the process of electrolytic silver. In the process of producing silver products, a smelting enterprise needs to determine platinum and palladium in high-silver nitric acid decomposition solution and palladium precipitation solution. Inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES) has the advantages of high sensitivity, low detection limit, wide linear range, simultaneous detection of multiple elements, rapid and accurate, and has been widely used in recent years. However, the method to the determination of platinum and palladium in nitric acid

decomposition solution and palladium precipitation solution has not been applied in the present literature. In this paper, ICP-OES method was used to determine platinum and palladium in high-silver nitric acid decomposition solution and palladium precipitation solution. The results of high-silver matrix interference test, organic palladium precipitation agent interference test, fire assay enrichment test and different acid media tests were compared. The following conclusions are drawn. The silver matrix interference phenomenon is not obvious, and there is no need to separate the silver matrix. The organic palladium precipitation agent has no interference on the determination results. The viscosity of sulfuric acid makes the determination results deviate, and the best digestion method should be nitric acid system digestion. The results of the fire assay enrichment method is 30% lower for palladium and 38% lower for platinum, and the loss is large. Platinum and palladium in high-silver nitric acid decomposition solution and palladium precipitation solution were determined by ICP-OES method after digestion with nitric acid system, and the recovery rate was within 95% - 105%, and the relative standard deviation was less than 5%, which were stable and reliable. The test shows that the method is convenient to operate and has strong practicability. It can be used for actual analysis of platinum and palladium in high-silver nitric acid decomposition solution and palladium precipitation solution.

Key words: high-silver nitric acid decomposition solution; palladium precipitated liquid; detection of platinum and palladium; ICP-OES; fire assay enrichment method; interference of high silver matrix; interference of organic palladium precipitant

中国有研研制的产品在我国首次实现固态氢能发电并网

3月25日,由中国有研科技集团有限公司所属有研工研院与有研广东院联合自主研发设计制造的规模储氢装置与分级静态氢压缩装置,成功应用于南网云南综合能源站与广州南沙电氢智慧能源站。这是我国首次将光伏发电耦合固态储氢应用于电力系统,同时也是国内首次实现固态储供氢增压加氢及发电综合应用,实现了“绿电”与“绿氢”灵活转换。该研究进展被中央电视台《新闻联播》及《朝闻天下》栏目关注与报道。

固态储氢装置具有体积小、储氢压力低和储氢密度高的优点,与可再生能源匹配使用,可有效地调节可再生能源的波动性,实现可再生能源的平稳发电。

中国有研研制的规模储氢装置,可储存 165 千克氢气,在用电高峰,可持续稳定工作 23 个小时、发供电量 2 300 千瓦时。

根据固态储氢的平台压力随温度变化的特性,中国有研设计了分级静态氢压缩装置,该装置可将 3.2 MPa 的可再生能源制取的氢气升压至 45 MPa,实现对燃料电池车的氢源加注。

中国有研氢能技术研发团队以突破制约氢能行业共性关键技术为己任,深耕固态储氢领域 40 余年,实现了多项“卡脖子”关键技术开发及应用。未来,中国有研将持续优化性能,降低成本,将固态储供氢装置更好地应用于氢能发电、氢能交通、绿氢工业等领域,助力国家“双碳”目标快速实现。

(资料来源:中国有色金属报)