

铅试金富集—丁二酮肟重量法测定铂钯精矿中钯

黄雅娟^{1,2}, 刘芳美^{1,2*}, 甘 聪^{1,2}, 钟坚海³

(1. 紫金铜业有限公司; 2. 福建省铜绿色生产及伴生资源综合利用重点实验室; 3. 厦门海关技术中心)

摘要: 铂钯精矿是以铜阳极泥为原料,经卡尔多炉粗炼—银电解—王水分金后得到的产物,多用于回收钯,准确测定铂钯精矿中钯对实现铂钯精矿中钯资源化利用具有重要意义。建立了铅试金富集—丁二酮肟重量法测定铂钯精矿中钯的检测技术。实验采用铅试金预富集,硝酸(1+4)和盐酸分步消解贵金属合粒后,以盐酸为沉淀剂,加水稀释后立即趁热过滤,消除银元素干扰,在10%盐酸介质下,加入40 mL 20 g/L 丁二酮肟乙醇溶液,静置5 h,抽滤分离钯,丁二酮肟重量法测定钯。实验优化了贵金属合粒消解方法,先采用硝酸(1+4)初步消解,避免银元素与氯离子生成沉淀阻碍合粒的进一步溶解,之后加入盐酸生成王水介质,合粒消解完全,同时提供氯离子与银形成氯化银沉淀;以盐酸为沉淀剂,加入100 mL水稀释,加热使氯化银沉淀凝聚,立即用慢速滤纸趁热过滤,实现银元素分离,并消除氯化银沉淀对钯的吸附影响;在10%盐酸介质下,加入40 mL 20 g/L 丁二酮肟乙醇溶液与钯反应生成沉淀,静置5 h,确保铂钯精矿中钯沉淀完全。通过干扰实验确定共存元素 Au(30 mg)、Pt(70 mg)、Cu(30 mg)、Pb(30 mg)、Bi(50 mg)、Te(20 mg)不干扰钯的测定。本方法测定结果的相对标准偏差($n=7$)为0.37%~1.05%,加标回收率为99.32%~100.8%,且方法重现性好、成本低,适用于批量分析铂钯精矿中钯。

关键词: 铂钯精矿;钯;铅试金;丁二酮肟;重量法;干扰元素

中图分类号:TD926.3

文献标志码:A

文章编号:1001-1277(2025)09-0139-05

doi:10.11792/hj20250918

引言

钯是铂族元素之一,因其独特的物化性质,常被当作催化剂广泛应用于化工领域,同时在高科技材料及汽车制造业等领域发挥着至关重要的作用,也是具有重要战略意义的贵金属投资品种^[1]。钯在矿石中的含量较低,通常以伴生金属形式存在。由于钯资源有限且价格昂贵,对于冶炼企业而言,高效回收伴生钯有利于降低生产成本,提高经济效益。铂钯精矿是以铜阳极泥为原料,经卡尔多炉粗炼—银电解—王水分金后得到的中间产物。随着钯提纯工艺的不断成熟,铂钯精矿含钯可达40%~70%,准确测定铂钯精矿中钯含量对铂钯精矿综合回收利用具有重要意义。

目前,微量钯一般采用仪器分析测定^[2-5],高纯钯粉中钯采用差减法测定^[6-7]。何治鸿等^[8-9]采用酸溶解—高氯酸冒烟破坏含钯化合物中有机物,以丁二酮肟重量法或EDTA返滴定法测定常量钯,主要适用于成分较单一的钯合金、含钯化合物,且称样量小,代表

性不足,易引起分析误差;王艳红等^[10]采用酸溶解试样,丁二酮肟沉钯,沉淀溶解,加入过量EDTA络合钯,用锌标准溶液滴定过量EDTA,再用丁二酮肟析出与钯络合的EDTA,三氯甲烷萃取,锌标准溶液滴定钯,操作较为繁琐、试剂消耗大。铂钯精矿中除了含有大量的钯,还含有金、银、铂、铜、铋、碲等元素,采用上述方法无法准确测定铂钯精矿中钯。重量法分析常量钯时,相较于水合肼还原重量法^[11]、氢还原重量法^[12],丁二酮肟重量法的钯沉淀物中丁二酮肟的相对分子质量大,钯含量低^[13],大大提高了分析准确度。

为使分析结果更加准确可靠,选择合理的分离富集手段,是保障有效消除样品中干扰组分从而实现高灵敏分析的必要条件^[14-15]。目前,贵金属样品分离富集方法主要有吸附法^[16-17]、碲共沉淀法^[18]、离子交换法^[19]、萃取法^[20]、火试金法^[2,21]等。铅试金法在分离富集含钯贵金属物料方面的应用较为成熟,并兼具样品分解与贵金属元素分离富集的双重功能。因此,本文采用铅试金除杂,预富集钯,以盐酸为沉淀剂,趁热

收稿日期:2025-04-18; 修回日期:2025-05-25

基金项目:福建省科技计划项目(2021I0032)

作者简介:黄雅娟(1999—),女,助理工程师,从事矿石与矿物、有色金属的分析检测与研究;E-mail:huangyajj@163.com

*通信作者:刘芳美(1992—),女,工程师,硕士,研究方向为实验室管理,矿石与矿物、贵金属与合金、水质分析方法应用与开发;E-mail:liufangmei2014@163.com

过滤分离银,结合丁二酮肟重量法测定铂钯精矿中钯。本方法重现性好、成本低,适用于铂钯精矿中钯的批量分析。

1 实验部分

1.1 仪器及药剂

XP205 微量天平(精度 0.000 1 g);试金炉:最高加热温度为 1 350 °C;镁砂灰皿:高 30 mm,上部内径 35 mm,下部外径 40 mm,深 15 mm;吸滤瓶;SHZ-95B 循环水式多用真空泵(郑州恒亚仪器仪表有限公司);G4 玻璃砂芯坩埚;101A-2 电热干燥箱(上海实研电炉有限公司)。

碳酸钠、氧化铅、硼砂、二氧化硅,均为工业纯,粉状;可溶性淀粉,分析纯,粉状;覆盖剂(碳酸钠与硼砂质量比为 2:1);硝酸、盐酸,均为分析纯。实验用水均为二级水。

丁二酮肟乙醇溶液(20 g/L):称取 20 g 丁二酮肟,于 1 000 mL 无水乙醇溶液中溶解,混匀。

1.2 实验样品

铂钯精矿是以铜阳极泥为原料,经卡尔多炉粗炼—银电解—王水分金后得到的稀贵副产品。实验使用的铂钯精矿 1[#]~5[#]来自紫金铜业有限公司,含钯为 40%~70%,具有一定的代表性。样品粒度不大于 0.098 mm,于 100 °C~105 °C 烘干 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

1.3 实验方法

1.3.1 铅试金法预富集

准确称取 0.5 g(精确至 0.000 1 g)样品,加入 30 g 碳酸钠、80 g 氧化铅、8 g 二氧化硅、10 g 硼砂、3 g 淀粉混匀,置于 300 mL 黏土坩埚中,覆盖约 10 mm 厚覆盖剂。将黏土坩埚置于 930 °C 试金炉中,并保温 15 min,之后约 30 min 升温至 1 130 °C,保温 10 min 出炉。取出黏土坩埚,平稳旋动数次,并轻轻敲打 2~3 次,将熔融物倒入已预热的铸铁模中,冷却,取出铅扣。

将铅扣放入已在 920 °C 高温炉内预热 30 min 的镁砂灰皿中,关闭炉门 2~3 min,待铅液表面黑色薄膜脱去后,稍开炉门使炉温尽快降至 880 °C 进行灰吹,当合粒出现闪光后,灰吹结束。将合粒从灰皿中取出,用乙酸(1+4)溶液煮沸洗净。

1.3.2 合粒消解及分析

将合粒制成薄片,转移至 300 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(1+4),低温加热至红棕色烟雾消失,加入 10 mL 盐酸,加热至合粒完全溶解。取下稍冷,加入 10 mL 盐酸,蒸至湿盐状,反复 2 次,确保硝酸除尽。残渣中加入 100 mL 水,并在不断搅拌下加入 10 mL 盐酸,加热煮沸使氯化银沉淀,立即趁热过滤,用 5% 盐

酸洗涤杯壁及沉淀各 5 次,之后用 85 °C 热水洗涤杯壁及沉淀各 5 次,保留滤液。

将滤液加热蒸至湿盐状,加入 10 mL 盐酸、100 mL 水,于电炉加热至约 80 °C 后取下,不断搅拌下加入 40 mL 20 g/L 丁二酮肟乙醇溶液,在出现沉淀后继续搅拌 3~5 min,确保丁二酮肟与钯充分反应,静置 5 h。将丁二酮肟钯沉淀抽滤于已在 110 °C 烘干至恒质量的玻璃砂芯坩埚中,用 5% 盐酸(体积分数)洗涤烧杯及沉淀各 10 次,并用带橡皮头的玻璃棒擦烧杯边沿,再用约 85 °C 热水洗涤烧杯及沉淀各 5 次。将玻璃砂芯坩埚于 110 °C 干燥箱中烘干 2 h,取出,置于干燥器中冷却 30 min 后称量,直至恒质量。

2 结果与讨论

2.1 合粒消解方法

铂钯精矿主要成分为金(0.1%~3%)、铂(2%~7%)、钯(40%~70%)、银(15%~40%)、铜(1%~3%)、铋(2%~5%)、碲(1%~2%)。经铅试金熔炼、灰吹后,大部分铜、铋、碲等贱金属被除去,得到的合粒是由铂、钯、银和金等贵金属组成的合金,质量高于 400 mg,直接采用酸消解合粒,消解时间长、效果差,甚至可能消解失败。根据样品的组成,选用 2[#]铂钯精矿进行不同消解方式实验,筛选出最优消解方法。方案 1:依据 GB/T 15072.4—2008《贵金属合金化学分析方法 钯、银合金中钯量的测定 二甲基乙二醛肟重量法》,直接加入 30 mL 王水,低温加热溶解合粒;方案 2:加入 20 mL 盐酸,低温加热分解至剩余体积约 10 mL,加入 10 mL 硝酸继续分解合粒;方案 3:加入 20 mL 硝酸(1+4),低温加热至红棕色烟雾消失,加入 10 mL 盐酸,加热至合粒完全溶解。实验过程中发现,采用方案 1 和方案 2 的王水或盐酸消解合粒时,大量氯化银沉淀覆盖在合粒表面,生成钝化层,合粒无法进一步溶解;采用方案 3 先用硝酸(1+4)溶解合粒中的银、钯等主量元素,然后加入盐酸形成王水介质溶解金、铂等元素,同时盐酸提供的氯离子形成氯化银沉淀。结果与姚明星等^[21]以硝酸、盐酸分步消解合粒且合粒溶解完全结论一致,所以实验采用方案 3 进行溶样。

2.2 银元素的分离

丁二酮肟对钯离子有较高选择性,在酸性条件下与钯离子形成螯合物沉淀。采用丁二酮肟重量法测定钯时,常在盐酸介质下进行^[8],因此需先将贵金属合粒中的银元素分离。采用溴化氢沉淀分离银时^[22],对钯的吸附影响会更大,而溴化氢、碘化钾及硫氰酸钾离子的引入,可能会影响后续丁二酮肟沉淀钯效果,因此选择盐酸沉淀剂分离银元素。但是,氯化银

沉淀会吸附钯,导致钯元素测定结果偏低。此外,由于氯化银为凝胶乳状、无定型沉淀,随着陈化时间延长,沉淀会吸水而聚集紧密,使得其吸附的杂质更加难以去除。相关研究^[23-24]表明:在充分搅拌下,0.6 g 银生成的氯化银沉淀对钯的吸附影响可忽略不计;当试液中银质量浓度为 10 mg/mL 时,待测痕量元素几乎不与氯化银共沉淀。根据铂钯精矿中钯、银含量并结合以上研究结果,准确称取 0.2 g 银粉、0.3 g 钯粉混匀,以盐酸为沉淀剂,于贵金属试液中加入 100 mL 水稀释,降低钯浓度以减少吸附作用,在不断搅拌下加入 10 mL 浓盐酸。由于吸附是放热过程,加热使氯化银沉淀凝聚,立即趁热用慢速滤纸过滤能有效减少杂质元素的吸附,以 5% (体积分数) 稀盐酸和热水洗涤杯壁及沉淀,将沉淀表面吸附的离子除去,进行银元素分离实验,结果如表 1 所示。由表 1 可知:平均回收率为 99.18%, 相对标准偏差为 0.51%, 表明该方法可有效消除氯化银沉淀对钯的吸附影响。

表 1 银分离实验现象与回收率

实验现象	回收率/%	平均回收率/%	RSD/%
氯化银沉淀	99.25 98.68 99.37 98.99	99.18	0.51
呈乳白色	99.40 100.05 98.55		

2.3 丁二酮肟沉钯实验

2.3.1 酸度的选择

溶液酸度会影响钯与丁二酮肟的沉淀反应,实验选用 1# 铂钯精矿,对盐酸体积分数进行考察,结果如表 2 所示。由表 2 可知:盐酸体积分数从 3% 增加到 30% 时,随着酸度的增加,沉淀质量先升高后降低;盐酸体积分数为 10% ~ 20% 时,沉淀反应基本完成,沉淀质量几乎不变。可能是在不同酸度下,钯离子以不同形式(如 Pd^{2+} 、 $[\text{PdCl}_4]^{2-}$ 等)存在,而不同形式钯与丁二酮肟的反应活性不同,从而影响沉淀的生成。综合考虑,选择钯离子沉淀盐酸介质体积分数为 10%。

表 2 盐酸体积分数对钯沉淀的影响

盐酸体积分数/%	沉淀质量/g	Pd 测定结果/%
3	0.632 24	39.97
5	0.634 13	40.07
10	0.634 77	40.13
15	0.634 93	40.12
20	0.634 61	40.14
25	0.633 34	40.04
30	0.633 03	40.02

2.3.2 丁二酮肟用量

丁二酮肟与钯化学反应方程式为: $\text{Pd}^{2+} + 2\text{C}_4\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2 \rightleftharpoons \text{Pd}(\text{C}_4\text{H}_7\text{N}_2\text{O}_2)_2 \downarrow + 2\text{H}^+$ 。准确称取 0.50 g (精确至 0.000 1 g) 5# 铂钯精矿(含钯约 65%), 反应温度为 80 °C, 加入不同量的 20 g/L 丁二酮肟乙醇溶液, 考察丁二酮肟用量对钯测定结果的影响, 结果如表 3 所示。由表 3 可知: 当丁二酮肟用量为 15 ~ 30 mL 时, 钯测定结果偏低; 当丁二酮肟用量增加至 40 mL 时, 钯测定结果准确; 保持滤液酸性条件下, 继续增加丁二酮肟用量, 钯测定结果无明显变化。在丁二酮肟重量法分析过程中, 过量沉淀剂能保证沉淀反应完全, 提高方法准确度, 但加入过多的丁二酮肟会造成试剂浪费、增加操作时长, 且残留的丁二酮肟影响沉淀洗涤效果。综合考虑, 丁二酮肟用量选择 40 mL。

表 3 丁二酮肟用量对钯测定结果的影响

Table 3 Effect of biacetyl dioxime dosage on palladium determination results

丁二酮肟用量/mL	沉淀质量/g	Pd 测定结果/%
15	0.525 41	60.83
20	0.554 28	62.45
30	0.632 97	65.21
40	0.634 71	65.87
60	0.635 22	65.85
80	0.635 10	65.80

2.3.3 沉淀静置时间

沉淀静置时间直接关系到二甲基乙二醛钯钯是否沉淀完全, 从而影响钯测定结果的准确性。在以往丁二酮肟重量法测定钯相关方法中, 常见沉淀静置时间为 1 h、2 h、4 h、5 h 等。为选择合适的沉淀静置时间, 实验选择 1# 铂钯精矿作为研究对象, 考察不同沉淀静置时间对钯测定结果的影响, 结果如表 4 所示。由表 4 可知: 当沉淀静置时间为 1 ~ 4 h, 沉淀呈絮状, 散布于烧杯中, 可能沉淀未沉淀完全或转移过滤时损失较大, 导致钯测定结果较低; 当沉淀静置时间在 5 h 以上时, 沉淀凝聚于溶液上层, 与溶液分层, 有利于后续过滤转移, 且钯测定结果趋于稳定。而 GB/T 15072.4—2008 《贵金属合金化学分析方法 钯、银合金中钯量的测定 二甲基乙二醛钯重量法》中, 常量钯与沉淀剂反应后静置时间为 1 h, 应用于铂钯精矿中钯测定时, 反应不完全, 造成测定结果偏低。因此, 实验选择沉淀静置时间为 5 h。

2.4 共存元素的影响

实验选用 1#、3#、5# 铂钯精矿, 经铅试金预富集后, 大部分铜、铋、碲等元素已被除去, 经盐酸沉淀分离后, 银元素基本被除去, 故铂钯精矿中可能的共

表4 沉淀静置时间对钯测定结果的影响

Table 4 Effect of precipitation standing time on palladium determination results

沉淀静置时间/h	实验现象	沉淀质量/g	Pd测定结果/%
1	沉淀呈絮状, 散布于烧杯中	0.626 74	39.62
2	沉淀呈絮状, 散布于烧杯中	0.630 31	39.85
3	沉淀呈絮状, 散布于烧杯中	0.632 21	39.97
4	沉淀呈絮状, 散布于烧杯中	0.633 95	40.08
5	沉淀凝聚于溶液上层, 呈分层现象	0.634 71	40.13
6	沉淀凝聚于溶液上层, 呈分层现象	0.635 34	40.17

存元素为微量的金、铂、铜、铅、铋、碲。张腾等^[25]研究发现,在丁二酮肟沉钯过程中,铜、铋不会对沉淀反应造成干扰。根据1[#]、3[#]、5[#]铂钯精矿中上述元素的大致含量,分别于除银后液中加入2倍量共存元素进行干扰实验,平行测定3次,结果如表5所示。由表5可知:加入2倍量共存元素条件下,共存元素对钯干扰小,测定结果在允许误差范围内,均可以不予考虑。

表5 共存元素对钯测定结果的影响

Table 5 Effect of coexisting elements on palladium determination results

试样编号	共存元素及质量/mg	Pd理论值/%	Pd测定结果/%
1 [#]		40.13	40.27
3 [#]	Au 30 Pt 70 Cu 30	50.38	50.25
5 [#]	Pb 30 Bi 50 Te 20	65.87	65.69

2.5 精密度及加标回收率实验

选择5个钯含量不同的铂钯精矿样品,按照实验方法进行方法的精密度和加标回收率实验,结果如表6所示。由表6可知:钯测定结果的相对标准偏差均小于1.05%($n=7$),满足GB/T 32465—2015《化学分析方法验证确认和内部质量控制要求》中对精密度的要求,加标回收率为99.32%~100.8%,满足GB/T 27417—2017《合格评定 化学分析方法确认和验证指南》中对方法加标回收率的要求,表明本方法准确度和精密度均满足测定要求。

表6 铂钯精矿样品中钯的精密度及加标回收率实验结果

Table 6 Precision and spike and recovery test results of palladium in platinum-palladium concentrate samples

试样编号	测定结果/%	RSD/%	本底值/mg	加标量/mg	测得总量/mg	加标回收率/%
1 [#]	40.13	1.05	200.65	250	449.79	99.66
2 [#]	44.24	0.58	221.20	250	472.52	100.5
3 [#]	50.38	0.45	251.90	300	550.75	99.32
4 [#]	56.35	0.78	281.75	300	582.80	100.4
5 [#]	65.87	0.37	329.35	300	631.67	100.8

3 结 语

铅试金预富集铂钯精矿中钯,用硝酸(1+4)和盐酸分步消解贵金属合粒,保证合粒消解完全;以盐酸为沉淀剂,加水稀释,用慢速滤纸趁热过滤,实现银元素分离,且有效消除氯化银沉淀对钯的吸附影响。在10%盐酸介质下,加入过量丁二酮肟乙醇溶液与钯反应生成沉淀,建立了铅试金富集—丁二酮肟重量法测定铂钯精矿中钯含量的方法。本方法适用于铂钯精矿中常量钯的批量分析,具有良好的应用前景。但是,采用铅试金结合氯化银沉淀过滤消除铂钯精矿中银、铜、铋、碲等共存元素干扰的过程时间耗费较长,后期可以考虑简化钯富集步骤,且可以结合微波消解仪等优化合粒消解方案,提高检测效率。

[参 考 文 献]

- [1] 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.
- [2] 刘芳美.火试金重量法结合电感耦合等离子体原子发射光谱法测定分金渣中金银铂钯[J].冶金分析,2022,42(3):26-32.
- [3] 杨平平,田新娟,王辉,等.火焰原子吸收光谱法测定钯催化剂生产有机废液中钯[J].冶金分析,2010,30(1):58-60.
- [4] COBELO-GARCÍA A, MUYANI M E, SCHÄFER J. Ultratrace interference-free analysis of palladium in natural waters by ICP-MS after on-line matrix separation and pre-concentration [J]. Talanta, 2021, 232: 695-704.
- [5] 梁慧贞,虞洁.电感耦合等离子体质谱法测定区域地球化学样品中的金铂钯[J].黄金,2018,39(4):78-80.
- [6] 李秋莹,甘建壮,李立新,等.ICP-MS法测定高纯钯中18个痕量杂质元素[J].贵金属,2017,38(4):49-55.
- [7] 任传婷,何姣,汪原伊,等.标准加入法测定纯钯中的杂质元素[J].贵金属,2020,41(增刊1):172-176.
- [8] 何治鸿.丁二酮肟重量法测定双乙腈二氯化钯中钯的含量[J].中国资源综合利用,2016,34(10):26-28.
- [9] 鲁瑞智,金娅秋,杨晓滔,等.酸分解-容量法测定四(三苯基膦)钯中的钯含量[J].贵金属,2018,39(增刊1):215-218.
- [10] 王艳红,宫嘉辰,陆小娟.丁二酮肟沉淀钯-EDTA滴定法测定富钯物料中的钯[J].有色矿冶,2011,27(5):53-54,58.
- [11] 苏琳琳,左川,韩媛,等.水合肼-氢还原重量法测定硫酸钯溶液产品中的钯含量[J].贵金属,2018,39(增刊1):212-214.
- [12] 高珺,廖峻松,任小利,等.氢还原重量法测定氯化钯产品中的钯[J].中国无机分析化学,2014,4(4):24-27.
- [13] 侯君钊,张圣欢,闫爽,等.钯含量分析方法研究进展[J].化学分析计量,2021,30(12):89-94.
- [14] 王焯,于亚辉,王琳,等.地质样品中贵金属元素的预处理方法研究进展[J].岩矿测试,2020,39(1):15-29.
- [15] 刘杨,范兴祥,董海刚,等.贵金属物料的溶解技术及进展[J].贵金属,2013,34(4):65-72.
- [16] 周彧琛,曲少鹏,吴俊,等.改性三聚氰胺泡塑富集-电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定矿样中的钯[J].中国无机分析化学,2023,13(7):735-740.
- [17] 王琳,唐志中,来新泽,等.混合吸附剂分离富集-电感耦合等离子体质谱法测定地质样品中铂钯金[J].岩矿测试,2013,

- 32(3):420-426.
- [18] 谭文进,郑允,贺小塘,等.碱熔-碲共沉淀富集-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定石油化工废催化剂不溶渣中铂钯[J].冶金分析,2016,36(2):43-48.
- [19] 胡德新,谷松海,任海,等.D₂₉₀树脂-活性炭吸附富集电感耦合等离子体质谱法测定铜精矿中铂钯[J].岩矿测试,2013,32(4):572-575.
- [20] 秦松焯,王琪,周全法.液膜萃取法回收废胶体钯活化液中的钯[J].黄金,2021,42(3):83-86.
- [21] 姚明星,毛香菊,孙启亮,等.铅试金-石墨炉原子吸收光谱法测定铂钯矿浸出液中铂和钯[J].冶金分析,2021,41(9):34-40.
- [22] 韩丽娟,胡军凯,吴一微.降低AgCl沉淀对铂和钯吸附的研究[J].湖北师范学院学报(自然科学版),2012,32(4):71-74.
- [23] 魏巍,柴徐彬.铅试金-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铜浸出渣中铂钯[J].冶金分析,2015,35(6):8-12.
- [24] 侯列奇,王树安,李洁,等.沉淀分离电感耦合等离子体原子发射光谱法测定高纯银中21种痕量元素[J].冶金分析,2007,27(2):51-53.
- [25] 张腾,张善辉,赵祝鹏,等.用二乙酰二肟从银电解液中选择性沉淀钯试验研究[J].湿法冶金,2022,41(4):308-311.

Determination of palladium in platinum-palladium concentrates by lead fire assay enrichment-dimethylglyoxime gravimetry

Huang Yajuan^{1,2}, Liu Fangmei^{1,2}, Gan Cong^{1,2}, Zhong Jianhai³

(1. Zijin Copper Co., Ltd.;

2. Fujian Key Laboratory for Green Production of Copper and Comprehensive Utilization of Associated Resources;

3. Xiamen Customs Technical Center)

Abstract: Platinum-palladium concentrate, obtained from copper anode slime through Kaldor furnace smelting, silver electrolysis, and aqua regia gold parting, is primarily used for palladium recovery. Accurate determination of palladium content in such concentrates is of great significance for the resource utilization of palladium. A lead fire assay enrichment-dimethylglyoxime gravimetric method was developed for palladium determination in platinum-palladium concentrates. In this method, palladium was pre-enriched by lead fire assay, and the precious metal bead was digested stepwise with nitric acid (1+4) and hydrochloric acid. Using hydrochloric acid as a precipitant, the solution was diluted with water and filtered hot to remove silver interference. In a 10 % hydrochloric acid medium, 40 mL of 20 g/L ethanol solution of dimethylglyoxime was added, and the mixture was left to stand for 5 h before vacuum filtration to separate palladium for gravimetric determination. The precious metal bead digestion process was optimized in the experiment by first using nitric acid (1+4) for preliminary digestion, preventing the formation of precipitates from the reaction of silver element and chloride ions that hinders further dissolution of beads, followed by hydrochloric acid addition to form aqua regia medium for complete digestion and to supply chloride ions for the generation of silver precipitation as AgCl. With hydrochloric acid as the precipitation agent and 100 mL water added for dilution, the AgCl was coagulated by heating, then immediately filtered hot with slow-rate filter papers so that the silver element is separated and the effect of AgCl precipitation on palladium adsorption is eliminated. In a 10 % hydrochloric acid medium, 40 mL of 20 g/L ethanol solution of dimethylglyoxime was added to react with palladium and generate precipitants, and the mixture was left to stand for 5 h to ensure complete palladium precipitation from the platinum-palladium concentrate. Interference tests showed that coexisting elements Au (30 mg), Pt (70 mg), Cu (30 mg), Pb (30 mg), Bi (50 mg), and Te (20 mg) did not affect palladium determination. The method exhibited relative standard deviations of 0.37 %–1.05 % ($n=7$) and spike recoveries of 99.32 %–100.8 %, with good reproducibility and low cost, making it suitable for batch analysis of palladium in platinum-palladium concentrates.

Keywords: platinum-palladium concentrate; palladium; lead fire assay; dimethylglyoxime; gravimetry; interfering elements