

EDX-7200 测试钯盐中 Pd 含量

EDX-070

摘要： 贵金属 Pd 废物给环境带来潜在的危害，实现贵金属 Pd 的资源化处置，不仅能保持人类赖以生存的生态环境，同时又能实现贵金属的重复使用。氯化钯作为一种重要的高端载体催化剂前驱体和均相催化剂原料，广泛应用于各个行业。本文使用能量色散型 X 射线荧光光谱 (EDX) 建立了氯化钯中 Pd 元素的分析方法，快捷方便，稳定性好，可适用于钯盐中 Pd 含量分析。

关键词： 能量色散型 X 射线荧光光谱 (EDX) 氯化钯 Pd 元素分析

从二次资源废料中回收利用钯等贵金属是我国重点鼓励发展的循环经济利用产业。贵金属 Pd 废物给环境带来潜在的危害，科学实现贵金属 Pd 的资源化处置，不仅能保持人类赖以生存的生态环境，同时又能实现贵金属的重复使用，是资源再生利用的环境污染防治领域中的前沿课题。

氯化钯是一种重要的高端载体催化剂前驱体和均相催化剂原料，在生产活性炭载钯催化剂过程中具有不可替代性，已广泛用于化工催化、化学试剂、贵金属复合功能材料、电子电镀等行业。

目前，氯化钯中 Pd 含量测定方法参考标准有氯化钯产品标准 GB/T 8185-2020，钯化合物国家标准 GB/T 23276-2009 以及贵金属合金中 Pd 含量测定行

业标准 YB/T 372.3-2006，均采用 EDTA 络合滴定的方法测定 Pd 含量；钯、银合金中钯含量测定标准 GB/T 15072.4-2008 和钯炭中钯含量测定标准 GB/T 23518-2009 中均采用重量法测定 Pd 含量，滴定法和重量法操作繁琐，测试时间长，化学试剂用量大，存在环境二次污染等问题。

能量色散型 X 射线荧光光谱仪广泛应用于元素分析中，样品无须化学前处理，操作简单，方便快捷，可以实现样品元素成分的无损分析。本文采用岛津 EDX-7200 开发了氯化钯中 Pd 的分析方法，测试速度快，稳定性好，准确度高，满足氯化钯产品中 Pd 含量 60%，允许差 0.3% 的质量控制要求。

■ 实验部分

1.1 仪器

能量色散型 X 射线荧光光谱仪 EDX-7200



1.2 分析条件

靶材：Rh

电压：50 kV

电流：auto

光阑：10 mm

测试氛围：大气

积分时间：100 s

DT 时间：30%

内标修正：on

1.3 校准样品

使用校准样品建立标准曲线，JY05 和 JY06 是由 JY07 添加稀释剂硼酸后制备而成。

表 1 校准样品中 Pd 的参考值 单位：%

编号	JY05	JY06	JY07
化学值	40.00	50.00	59.67

1.4 样品前处理

取适量 PdCl₂ 粉末样品于压样环中，在 30 吨压力下制成片状，待分析。校准样品与试样采用相同的制样方法。由于 JY05 和 JY06 是由 JY07 添加稀释剂硼酸后制备而成，压片时性状发生改变，变形较明显。



图 1 样品压片制样后状态

■ 结果与讨论

2.1 测试结果

首先使用基本参数法对 PdCl₂ 样品进行定性分析，所得图谱如图 2 所示，样品中含有微量的 Al 和 Si 等杂质元素。

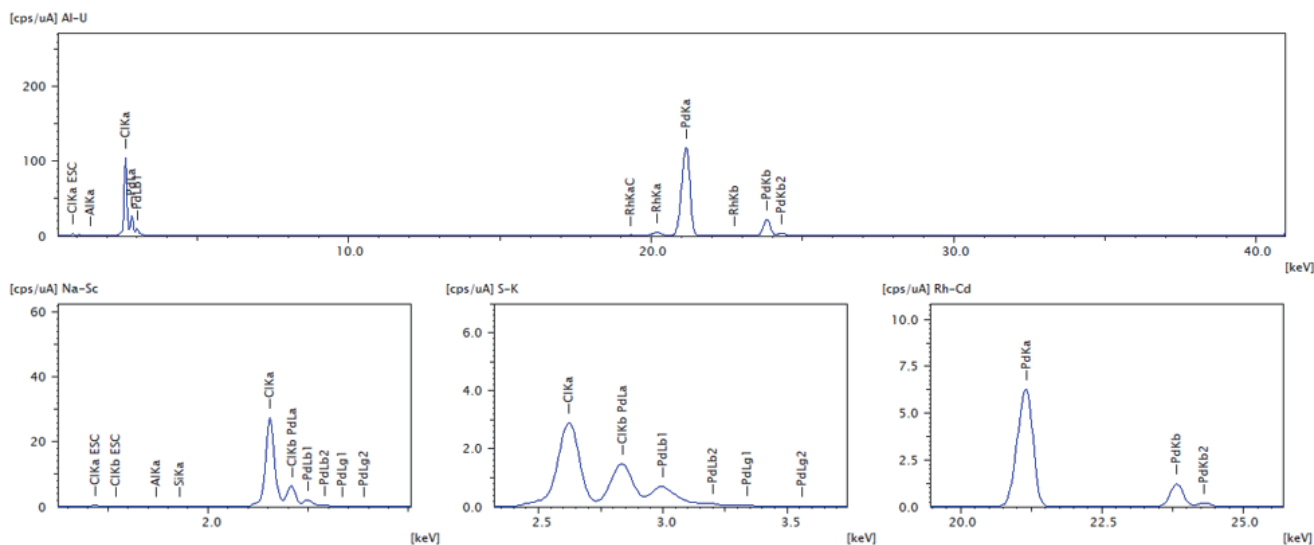


图 2 PdCl₂ 样品定性分析谱图

2.2 标准曲线

使用 1.3 中氯化钯校准样品建立 Pd 标准曲线。使用校准样品登记测试强度，计算校准样品含量与测试强度的拟合工作曲线。尝试了净强度曲线，由于校准样品中 Pd 含量相差较大，基体发生了明显变化，得不到好的校正效果，此时最大偏差达到了 0.3%。使用内标修正功能对基体的变化进行修正，得到了良好的校准效果。内标法标准曲线如图 3，该曲线 R²=1.0000，最大偏差为 0.015%。

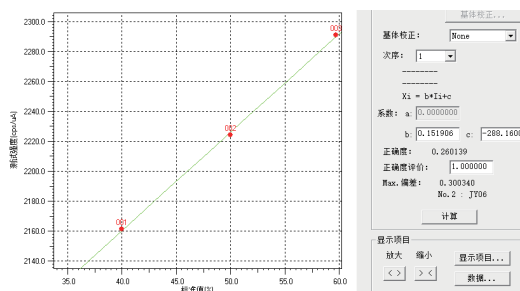


图 3 净强度曲线

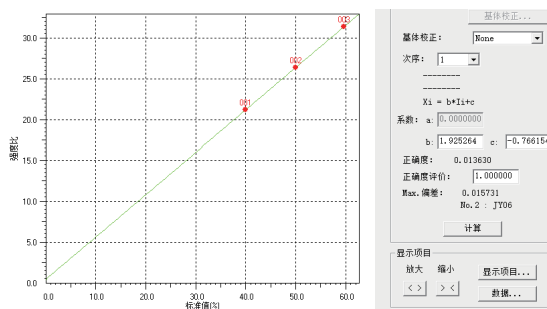


图 4 内标法标准曲线

2.3 准确度考察

使用校准曲线分析 PdCl_2 样品，将测试值与滴定法测定的化学值进行比较，计算得到分析结果的准确度见表 2，结果表明准确度满足氯化钯产品中 Pd 含量 60%，允许差 0.3% 的质量控制要求。

表 2 PdCl_2 中 Pd 分析的准确度数据 单位：%

样品名称	检测项目	Pd
试样 1	参考值	59.10
	分析值	59.25
	误差	0.15
试样 2	参考值	59.67
	分析值	59.75
	误差	0.08

2.4 短期稳定性考察

使用校准曲线对 PdCl_2 样品连续测定 10 次，统计分析结果，计算 RSD 数据如表 3。

表 3 短期稳定性 单位：%

样品名称	统计项目	Pd
试样 1	平均值	59.17
	SD	0.10
	RSD(%)	0.17
试样 2	平均值	59.84
	SD	0.07
	RSD(%)	0.12

2.5 长期稳定性考察

使用校准曲线连续三天对 Pd 含量为 59.67% 的 PdCl₂ 样品进行测试，每次连续测定 10 次，统计分析结果，计算 RSD 数据如表 4。

表 4 长期稳定性 单位：%

样品名称	统计项目	Pd
第一天	平均值	59.74
	SD	0.07
	RSD(%)	0.12
第二天	平均值	59.79
	SD	0.10
	RSD(%)	0.17
第三天	平均值	59.75
	SD	0.08
	RSD(%)	0.12

■ 结论

采用岛津 EDX-7200 分析氯化钯中 Pd 元素，在 40.00%~59.67% 浓度范围内标准曲线线性良好，相关系数为 1.0000，分析实际样品与化学值误差在 ±0.3% 以内，重复性良好。该方法具有分析速度快、稳定性好、制样简单、测试快捷方便、绿色环保等特点，满足氯化钯产品质量控制要求，适合钯盐中 Pd 含量分析。

岛津应用云

