

## 离子色谱法同时测定硫酸钯溶液中的氯离子和硝酸根

苏琳琳<sup>1</sup>, 左川<sup>1</sup>, 侯文明<sup>1\*</sup>, 余明坤<sup>2</sup>, 韩媛<sup>1</sup>, 冯璐<sup>1</sup>, 魏建伟<sup>3</sup>, 许明明<sup>1</sup>

(1. 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;

2. 云南省建筑科学研究院, 昆明 650223; 3. 贵研工业催化剂(云南)有限公司, 昆明 650106)

**摘要:** 建立了离子色谱法同时测定贵金属化合物硫酸钯溶液中的氯离子和硝酸根离子含量的方法。使用 IC-H 型阳离子交换前处理柱除去样品中的钯(II)阳离子; 采用梯度淋洗程序, 以 KOH 溶液(1.0 mL/min)淋洗液, 用抑制性电导检测, 外标法定量测定氯离子和硝酸根离子。测定线性范围为 0.04~1.2  $\mu\text{g/mL}$ , 检出限为 0.006~0.015  $\mu\text{g/mL}$ , 相对标准偏差(RSD)为 2.5%~4.9%, 样品加标回收率 94.2%~112.9%, 可满足硫酸钯溶液产品中氯离子和硝酸根离子杂质测定要求。

**关键词:** 分析化学; 离子色谱; 硫酸钯溶液; 氯离子; 硝酸根离子

中图分类号: O657.7<sup>+</sup>5 文献标识码: A 文章编号: 1004-0676(2017)04-0061-05

### Simultaneous Determination of Chloride and Nitrate Ions in PdSO<sub>4</sub> Solution by Ion Chromatography

SU Linlin<sup>1</sup>, ZUO Chuan<sup>1</sup>, HOU Wenming<sup>1\*</sup>, YU Mingkun<sup>2</sup>, HAN Yuan<sup>1</sup>, FENG Lu<sup>1</sup>, WEI Jianwei<sup>3</sup>, XU Mingming<sup>1</sup>

(1. State Key Laboratory of Advanced Technologies for Comprehensive Utilization of Platinum Metals, Sino-Platinum Metals Co. Ltd., Kunming 650106, China; 2. Yunnan Institute of Building Research, Kunming 650223, China; 3. Sino-Platinum Industrial Catalyst (Yunnan) Co. Ltd., Kunming 650106, China)

**Abstract:** An ion chromatographic method has been established for measuring the concentrations of chloride and nitrate ions in the palladium(II) sulfate solution. The samples were pretreated with IC-H cation exchange resin to eliminate the interference from Pd(II) cations. Following the gradient elution with KOH solution at a speed of 1.0 mL/min, the two anions were detected simultaneously by the suppressed conductivity detector and their concentrations were calculated by external standard method. Under the optimum conditions, the linear range of the method was 0.04~1.2  $\mu\text{g/mL}$ , and the limit of detection was 0.006~0.015  $\mu\text{g/mL}$ . The recoveries were found to be in the range of 94.2%~112.9% with the relative standard deviation of 2.5%~4.9%. The method could be applied to the determination of Cl<sup>-</sup> and NO<sub>3</sub><sup>-</sup> in the product of palladium(II) sulfate solution.

**Key words:** analytical chemistry; ion chromatography (IC); palladium(II) sulfate solution; chloride ion; nitrate ion

硫酸钯是钯的一种重要的化合物, 主要用于电镀<sup>[1-2]</sup>和催化剂<sup>[3-5]</sup>领域。以硫酸钯和氨水反应制备的硫酸四氨合钯是一种新型电镀主盐, 由于其电镀效率高、清洁环保, 且体系不含氯离子, 不会在阳极形成腐蚀性极强的氯气, 极大减少了对电镀设备造成的腐蚀危害, 改善电镀操作环境, 已经广泛应

用于电子行业镀钯。氯离子与硝酸根作为硫酸钯溶液中不希望存在的杂质离子, 对电镀产品的品质影响极大<sup>[6-7]</sup>。因此, 准确控制和测定硫酸钯产品中氯离子和硝酸根的含量是非常重要的, 但目前国内对于贵金属化合物中阴离子的分析方法研究报道很少, 急需建立相关的检测方法。

收稿日期: 2016-12-20

基金项目: 稀贵金属综合利用新技术国家重点实验室开放课题(SKL-SPM-201543)。

第一作者: 苏琳琳, 女, 硕士, 工程师, 研究方向: 贵金属分析测试。E-mail: sulin@ipm.com.cn

\*通讯作者: 侯文明, 男, 工程师, 研究方向: 贵金属化学。E-mail: hwm@ipm.com.cn

氯离子和硝酸根的测定方法一般常用离子选择性电极、电位滴定法、分光光度法等。这些方法都是单元素测定,而且操作比较麻烦。离子色谱法是近年来发展较快的方法之一<sup>[8]</sup>,它灵敏度高,检出限低,操作简便,可以同时测定多种离子,广泛用于测定水、药物、食品及环境样品中的阴离子<sup>[9-15]</sup>。

本文采用离子色谱法,利用 IC-H 前处理柱除去样品中的钡(II)阳离子干扰,建立同时分析测定硫酸钡溶液中的氯离子、硝酸根的方法,为产品质量控制提供支持。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

Dionex ICS-2100 离子色谱仪(美国 Thermo Fisher),配有电导检测器、Chromleon 6.8 色谱工作站、AERS 500 (4 mm)电化学自再生抑制器、EGC II KOH 免试剂淋洗液发生罐; IonPac AS11-HC 分离柱(250×4 mm); IonPac AG11-HC 保护柱(50×4 mm); 阳离子处理小柱(Cleanert IC-H 柱, 1.0 mL, Angela 公司),一次性注射进样器(5 mL), 0.22 μm 聚醚砜过滤头(天津津腾); Milli-Q 超纯水一体机(美国 Merck Millipore)。

氯离子(Cl<sup>-</sup>)标准溶液(1000 mg/L, Merck); 硝酸根离子(NO<sub>3</sub><sup>-</sup>)标准溶液(1000 mg/L, Merck); 硫酸钡(PdSO<sub>4</sub>)溶液(4%, 贵研铂业股份有限公司); 实验用水为超纯水(电阻率 18.2 MΩ·cm)。

### 1.2 仪器工作参数

柱温为 30℃, 采用 7~35 mmol/L KOH 在线梯度淋洗, 流速为 1 mL/min; KOH 淋洗浓度梯度设置为 0~20 min, 7 mmol/L, 20.1~25 min, 35 mmol/L, 25.1~30 min, 7 mmol/L。自再生电化学抑制模式, 抑制器电流为 100 mA, 进样量为 25 μL, 分析时间 30 min, 外标法电导峰面积定量分析。

### 1.3 样品前处理方法

1) H 柱(0.1 mL)的活化: 用 10 mL 纯水匀速冲洗, 放置 0.5 h 后使用。

2) 称取约 1.2 g 硫酸钡溶液样品于 100 mL 容量瓶中(样品实际测定结果需根据稀释倍数计算), 加超纯水稀释定容至刻度, 用一次性注射器吸取 5 mL 稀释过的硫酸钡溶液, 将样品缓慢推入 H 柱, 弃去前 3 mL 后, 剩下 2 mL 再通过 0.22 μm 过滤头进样测定。

### 1.4 Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>系列混合标准工作溶液的配制

分别量取 10 mL Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>标准储备液, 置于

100 mL 容量瓶中, 用超纯水稀释至刻度, 配制成 Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>浓度为 100 μg/mL 的混合标准液。分取制备 Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>系列混合标准工作溶液。

## 2 结果与讨论

### 2.1 梯度淋洗程序确定

KOH 淋洗液的浓度和流速对阴离子的保留时间有影响。淋洗液浓度或流速越高, 待测成分的保留时间越短; 反之保留时间增大, 色谱峰分辨率提高, 但样品中其他组分(如 SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>)不易被洗脱, 将影响下一个样品测定。本实验样品硫酸钡溶液含有大量的硫酸根离子, 硫酸根离子在分离柱中的保留时间较长, 不易洗脱。为了缩短分析时间、提高工作效率, 在不影响待测离子测定的情况下, 本文采用梯度淋洗程序。当待测成分(Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>)已完全分离出峰后(0~20 min), 增加淋洗液的浓度, 使硫酸根在短时间内(20.1~25 min)洗脱出来, 之后(25.1~30 min)再调整淋洗液的浓度至初始浓度。经多次实验发现, 当淋洗液浓度为 7 mmol/L 时, 氯离子、硝酸根的保留时间分别在 9 min、21 min 左右。2 种离子的峰形都比较好, 分离效果佳。淋洗液浓度为 35 mmol/L 时, 硫酸根离子在 5 min 内可以完全洗脱。因此本文将测定氯离子、硝酸根时的淋洗液浓度设为 7 mmol/L, 硫酸根洗脱浓度设为 35 mmol/L。

### 2.2 样品前处理条件研究

由于硫酸钡溶液含有大量的钡(II)阳离子(钡含量 4%~14%), 会降低色谱柱的使用寿命, 并可能影响分析结果, 需进样前除去。研究了使用离子色谱前处理小柱(Cleanert IC-H 柱)分离去除后钡离子在 H 柱滤液中的残留量。

实验收集了 5、10、30 和 100 mL 硫酸钡溶液通过 H 柱后的滤液, 测定滤液中钡离子残留量。结果表明, 进样量不超过 30 mL 时, 滤液中的钡离子浓度均小于 0.0001 g/L; 进样量为 100 mL 时, 滤液中钡离子的浓度为 0.00052 g/L。说明 30 mL 以内的样品通过 H 柱时, 钡离子被完全交换吸附。实际分析中仅取 5 mL 样品通过 H 柱进样, 钡离子不会进入色谱系统。

### 2.3 H 柱对 Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>的测定结果的影响

考察了不同系列 Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>混合标准溶液不通过 H 柱直接进样、通过 H 柱进样后的色谱分离效果。结果表明通过 H 柱进样后 2 种阴离子的回收率在 98.6%~103.1%之间, 与不通过 H 柱直接进样的回收率(98.4%~102.5%)相当, 说明 H 柱对阴离子 Cl<sup>-</sup>、

NO<sub>3</sub><sup>-</sup>没有吸附作用,通过H柱进样不影响分析结果。

## 2.4 大量 SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>对测定结果的影响

在与样品溶液中 Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>浓度相当的 Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>混合标准溶液中分别加入 10 倍、100 倍、1000 倍浓度的 SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>配成系列混合标准溶液,考察 SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>对 Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>测定的干扰情况。结果如表 1 所列。

表 1 SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>对 Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>的测定结果的影响

Tab.1 Effect of SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>on analysis results of Cl<sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>

SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> 加入 倍数	Cl <sup>-</sup>		NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	
	$\rho/(\mu\text{g/mL})$	$\delta/\%$	$\rho/(\mu\text{g/mL})$	$\delta/\%$
0	0.1535	0	0.1430	0
10	0.1584	+3.2	0.1425	-0.3
100	0.1541	+0.4	0.1473	+3.0
1000	0.1520	-1.0	0.1458	+2.0

由表 1 可见, 10~1000 倍浓度 SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>离子对 Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>测定影响较小, 相对偏差( $\delta$ )均在 5%以内, 基本不产生干扰。

加入硫酸根后所得混合溶液的典型色谱图如图 1 所示。由图 1 可见: Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>和 SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>的保留时间分别在 9.0、21.4 和 24.4 min 左右, 各离子之间保留时间有明显差异。Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>之间的保留时间相差 12 min, 分离效果非常好, 两者之间互不干扰, 可以同时测定。

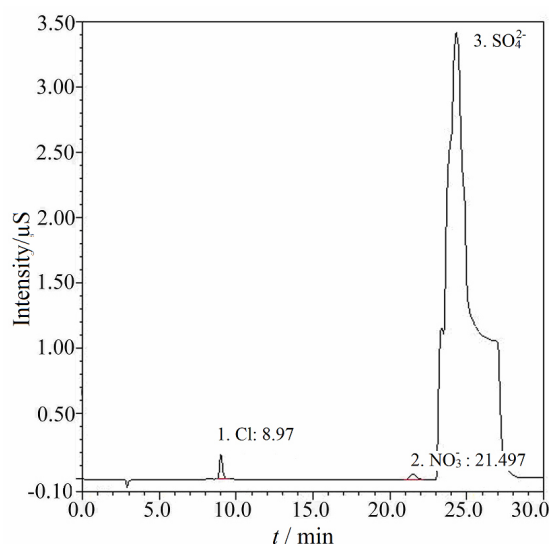


图 1 Cl<sup>-</sup>和 NO<sub>3</sub><sup>-</sup>混合标准溶液(0.12 μg/mL)的离子色谱图

Fig.1 Ion chromatograms of a mixed standard solution of Cl<sup>-</sup> and NO<sub>3</sub><sup>-</sup> (0.12 μg/mL)

## 2.5 标准曲线、方法检出限与精密度

用混合标准储备液配制 Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>浓度分别为 0、0.04、0.06、0.12、0.40、1.2 μg/mL 系列 6 种混合标准工作溶液, 在优化的实验条件下, 通过 H 柱进样, 以峰面积对 Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>的浓度做标准工作曲线, 两种阴离子 Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>在 0~1.2 μg/mL 的浓度范围内线性良好, 线性相关系数均为 0.9999。在空白样品中加入 0.04 μg/mL 的 Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>混合标准溶液, 测得 Cl<sup>-</sup>和 NO<sub>3</sub><sup>-</sup>检出限分别为 0.006 和 0.015 μg/mL。

平行称取 7 份 1.2 g 左右的同一硫酸钡溶液样品, 稀释后按照梯度淋洗程序分离, 测得方法的相对标准偏差, 结果如表 2 所列。

表 2 样品分析结果 (n=7)

Tab.2 Analytical results of samples (n=7)

阴离子	样品测定值/(μg/mL)	平均值/ (μg/mL)	RSD/ %
Cl <sup>-</sup>	8.1, 8.8, 8.1, 7.9, 8.5, 7.7, 8.6	8.2	4.9
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	12.0, 11.4, 11.3, 11.1, 11.4, 11.6, 11.6	11.5	2.5

## 2.6 样品加标回收试验

以同批次硫酸钡溶液为实验样品, 分别添加实际样品中 Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>浓度 0.5、1.0 和 3.0 倍的标准溶液, 按照试验方法进行加标回收实验。根据稀释倍数换算为测定结果, 加标回收率如表 3 所列。

表 3 两种阴离子的加标回收率

Tab.3 Recoveries of standard additions for the two anions

阴离子	本底值/ (μg/mL)	加标量/ (μg/mL)	测定值/ (μg/mL)	回收率/ %
Cl <sup>-</sup>	10.5	5.5	15.8	96.4
		10.8	22.0	106.5
		32.5	47.2	112.9
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	14.6	5.2	19.5	94.2
		11.5	25.7	96.5
		31.8	44.7	94.6

由表 3 可知, 2 种阴离子的加标回收率在 94.2%~112.9%之间, 说明本方法具有较高的准确性, 可用于硫酸钡溶液中 Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>的测定。

## 2.7 实际样品测定

选择 5 个不同批次的硫酸钡溶液进行离子色谱分析, 并根据标准曲线测得样品中 Cl<sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>的浓度, 结果列于表 4。

表 4 实际样品测定结果

Tab.4 Determination results of the practical samples /( $\mu\text{g/mL}$ )

样品编号	$\text{Cl}^-$	$\text{NO}_3^-$
1 <sup>#</sup>	8.2	11.5
2 <sup>#</sup>	10.1	12.3
3 <sup>#</sup>	7.9	11.4
4 <sup>#</sup>	6.5	7.8
5 <sup>#</sup>	11.2	12.3

表 4 结果表明, 随机选取的 5 个批次硫酸钯溶液样品中都检测出  $\text{Cl}^-$ 、 $\text{NO}_3^-$  两种无机阴离子的存在, 含量约为  $10 \mu\text{g/mL}$ 。

### 3 结论

本研究采用离子色谱法实现了硫酸钯溶液中杂质离子  $\text{Cl}^-$ 、 $\text{NO}_3^-$  含量的快速、同时测定。使用 IC-H 型阳离子交换前处理柱除去样品中的金属阳离子; 采用梯度淋洗程序, 淋洗液为  $\text{KOH}$  溶液, 流速为  $1.0 \text{ mL/min}$ ; 用抑制性电导检测, 峰面积外标法定量。 $\text{Cl}^-$ 、 $\text{NO}_3^-$  两种阴离子的线性范围为  $0.04\sim 1.2 \mu\text{g/mL}$ , 线性相关系数均为  $0.9999$ , 检出限为  $0.006\sim 0.015 \mu\text{g/mL}$ , 相对标准偏差(RSD)为  $2.5\%\sim 4.9\%$ , 实际样品加标回收率  $94.2\%\sim 112.9\%$ 。方法简便、可靠, 可用于硫酸钯溶液中  $\text{Cl}^-$ 、 $\text{NO}_3^-$  的测定。

### 参考文献:

- [1] ERIC S, LIANG W, MAURIZIO D S, et al. Mechanisms of the initial steps in the Pd electro-deposition onto Au(III)[J]. *Electrochimica acta*, 2014, 135: 594-603.
- [2] MAKSIMOV Y M, KOLYADKO E A, SHISHLOVA A V. et al. Electrocatalytic behavior of a palladium-polyaniline system obtained by electrodepositing palladium into a preliminarily formed polyaniline film[J]. *Russian journal of electrochemistry*, 2001, 37(8): 777-781.
- [3] HARUO O, HIDEHARU F, KAZUO T, et al. Liquid phase oxidation of cyclo-olefins by a  $\text{PdSO}_4$  heteropoly-acid catalyst system[J]. *Bulletin of the Chemical Society of Japan*, 1984, 57(7): 1908-1913.
- [4] ČIHOVA M, HRUSOVŠKY M. J, VOITKOB K. et al. Catalytic oxidation of octene-1 in the presence of palladium(II) salts and heteropolyacids[J]. *Reaction kinetics and catalysis letters*, 1981, 16(4): 383-386.
- [5] TRET'YAKOV V P, VOLKOVA L K, RUDAKOV E S. Kinetics and products of methane oxidation in the  $\text{PdSO}_4\text{-H}_2\text{SO}_4/\text{SiO}_2$  system at  $220^\circ\text{C}$ [J]. *Kinetics and catalysis*, 1993, 34(1): 99-102.
- [6] 李仁勇, 史亚利, 梁立娜, 等. 离子色谱法同时测定电镀液中的  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 、 $\text{SCN}^-$  和有机酸[J]. *分析试验室*, 2009, 28(2): 42-45.
- [7] LI R Y, SHI Y L, LIANG L N, et al. Determination of  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 、 $\text{SCN}^-$  and organic acids in electroplating solution by ion chromatography[J]. *Chinese journal of analysis laboratory*, 2009, 28(2): 42-45.
- [7] 孔泳, 王文昌, 韩佳妮, 等. 离子色谱法检测酸性镀铜液中的微量氯离子[J]. *分析试验室*, 2008, 27(11): 48-50.
- [8] KONG Y, WANG W C, HAN J N, et al. Determination of trace chloride ion in acidic copper-plating bath by ion chromatography[J]. *Chinese journal of analysis laboratory*, 2008, 27(11): 48-50.
- [8] 刘永强, 于泓. 离子色谱法在离子液体阴阳离子分析中的应用[J]. *分析测试学报*, 2015, 34(6): 734-743.
- [9] LIU Y Q, YU H. Applications of ion chromatography in analysis of ionic liquid anions and cations[J]. *Journal of instrumental analysis*, 2015, 34(6): 734-743.
- [9] 张丽媛, 费旭东, 邱丰, 等. 离子色谱-抑制型电导检测法同时测定食品级润滑油中的 3 种无机阴离子[J]. *色谱*, 2015, 33(2): 164-168.
- [10] ZHANG L Y, FEI X D, QIU F, et al. Simultaneous determination of three inorganic anions in food-grade lubricating oils by ion chromatography with suppressed conductivity detection[J]. *Chinese journal of chromatography*, 2015, 33(2): 164-168.
- [10] 成霏, 顾慧莹, 刘温喜. 离子色谱法同时测定饮用水中 11 种阴离子含量[J]. *分析试验室*, 2009, 28(s): 127-129.
- [11] CHEN P, GU H Y, LIU W X. Simultaneous determination of eleven kinds of anions in drinking water by ion chromatography[J]. *Chinese journal of analysis laboratory*, 2009, 28(s): 127-129.
- [11] 姜新华, 倪承珠, 朱彬和, 等. 离子色谱-柱切换法测定土壤浸出液中的氟离子[J]. *色谱*, 2016, 34(4): 442-446.
- [12] JIANG X H, NI C Z, ZHU B H, et al. Determination of fluoride in soil water extract by ion chromatography with column-switching technique[J]. *Chinese journal of chromatography*, 2016, 34(4): 442-446.
- [12] 朱作艺, 张玉, 王君虹, 等. 离子色谱-抑制电导法测定肉类产品中的肌苷酸含量[J]. *分析化学*, 2015, 43(11): 1749-1753.
- [12] ZHU Z Y, ZHANG Y, WANG J H, et al. Determination of

inosine monophosphate in meat products by ion chromatography with suppressed conductivity detection [J]. Chinese journal of analytical chemistry, 2015, 43(11): 1749-1753.

[13] 张贞理, 唐冠宁, 蔡俊峰, 等. 离子色谱法同时测定大气可吸入颗粒物 PM10 中 14 种水溶性离子[J]. 分析试验室, 2014, 33(1): 39-42.

ZHANG Z L, TANG G N, CAI J F, et al. Simultaneous determination of fourteen kinds of water-soluble ions in airborne inhalable particulate matter PM10 by ion chromatography [J]. Chinese journal of analysis laboratory, 2014, 33(1): 39-42.

[14] 朱彬和, 张培敏, 郭伟强, 等. 膜处理-离子色谱法测定碳酸钡中的杂质阴离子[J]. 色谱, 2016, 34(5): 498-501.

ZHU B H, ZHANG P M, GUO W Q, et al. Determination of anion impurities in barium carbonate by ion chromatography with membrane treatment[J]. Chinese journal of chromatography, 2016, 34(5): 498-501.

[15] 胡忠阳, 叶明立, 潘广文, 等. 离子色谱-抑制电导检测法同时测定草甘膦母液中的含磷副产物及无机阴离子[J]. 色谱, 2012, 30(4): 391-394.

HU Z Y, YE M L, PAN G W, et al. Simultaneous determination of phosphorous by-products and inorganic anions in glyphosate mother liquor by ion chromatography with suppressed-conductivity detection[J]. Chinese journal of chromatography, 2012, 30(4): 391-394.

\*\*\*\*\*

【上接第 60 页】

[15] ELY JAMES C, NEAL CLIVE R, JR O'NEILL JAMES A, et al. Quantifying the platinum group elements (PGEs) and gold in geological samples using cation exchange pretreatment and ultrasonic nebulization inductively coupled plasma-mass spectrometry (USN-ICP-MS)[J]. Chemical geology, 1999, 157(3/4): 219-234.

[16] 李丹, 王鐔, 李彪. 717 阴离子交换树脂富集-电感耦合等离子体质谱法测定地质样品中痕量金铂钯[J]. 冶金分析, 2011, 31(4): 14-19.

LI D, WANG D, LI B. Determination of gold, platinum and palladium in geological samples by inductively coupled plasma mass spectrometry after concentration with 717 anion exchange resin[J]. Metallurgical analysis, 2011, 31(4): 14-19.

[17] 李蓉, 李承元. 复硫脲的活性炭富集-发射光谱测定化探样品中金铂钯[J]. 云南冶金, 2006, 35(4): 58-61.

LI R, LI C Y. Determination of Au, Pt and Pd in ore by concentration with active carbon of compound sulfocarbamide and emission spectrum[J]. Yunnan metallurgy, 2006, 35(4): 58-61.

[18] 赵正, 漆亮, 黄智龙, 等. 地质样品中铂族元素的分析测定方法[J]. 地学前缘, 2009, 16(1): 181-193.

ZHAO Z, QI L, HUANG Z L, et al. The analytical methods for determination of platinum group elements in geological samples[J]. Earth science frontiers, 2009, 16(1): 182-193.

[19] 孙红林, 王琳, 陈浩凤, 等. 电感耦合等离子体原子发

射光谱法测定地质样品中铂钯金[J]. 冶金分析, 2015, 35(11): 8-15.

SUN H L, WANG L, CHEN H F, et al. Determination of platinum, palladium and gold in geological samples by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry[J]. Metallurgical analysis, 2015, 35(11): 8-15.

[20] 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铂钯[J]. 冶金分析, 2016, 36(7): 25-33.

LIU J, YAN H L, LIAN W L, 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.

[21] 于亚辉, 闫红玲, 陈浩凤, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定地球化学样品中的银[J]. 理化检验-化学分册, 2016, 52(7): 834-836.

YU Y H, YAN H L, CHEN H F, et al. Determination of Ag in geochemical samples by inductively coupled plasma-mass spectrometry[J]. Physical testing and chemical analysis part B: chemical analysis, 2016, 52(7): 834-836.

[22] PARENT M, VANHOE H, MOENS L, et al. Investigation of HfO<sup>+</sup> interference in the determination of platinum in a catalytic converter (cordierite) by inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. Talanta, 1997, 44: 221-230.