

文章编号: 0254-5357(2002)02-0113-04

DT- 1016 型阴离子交换树脂分离富集金铂钯

甘树才¹, 来雅文¹, 段太成², 曹淑琴³, 郭锦勇³, 赵炳南¹

(1. 吉林大学化学学院, 吉林 长春 130026; 2. 中科院长春应用化学研究所,
吉林 长春 130022; 3. 北京化工冶金研究院, 北京 101149)

摘要: 研究了 DT- 1016 型阴离子交换树脂对超痕量 Au、Pt、Pd 的吸附性能及条件。在 0.025 mol/L HCl 介质中, 流出速度为 0.5~1.0 mL/min 时, Au、Pt 和 Pd 的富集效果最佳, 吸附率分别为 99.72%、99.60% 和 97.95%, 共存离子无显著性影响。用等离子体质谱测定标准物质中 Au、Pt 和 Pd, 其结果与标准值基本相符。检出限 Au 为 0.27 $\mu\text{g/L}$, Pt 为 0.40 $\mu\text{g/L}$, Pd 为 0.19 $\mu\text{g/L}$ 。对 GBW 07294 铂族元素国家标准物质进行精密度试验, RSD($n=8$) Au 为 19.2%, Pt 为 28.1%, Pd 为 15.6%。

关键词: DT- 1016 型树脂; 分离富集; 金; 铂; 钯

中图分类号: O652.6: P618.5 **文献标识码:** A

铂族金属是现代工业急需的贵重物资, 其分析方法的研究为越来越多分析工作者所关注^[1]。由于铂族元素在地质体中含量极低, 且分布不均匀, 因此必须对其进行分离富集。目前国内外对铂族元素的富集方法主要有火试金法, 共沉淀法, 溶剂萃取法和离子交换法等^[2~4]。本文采用 DT-1016 型阴离子交换树脂, 通过控制溶液中 HCl 浓度, 将 Au、Pt、Pd 转化为络阴离子, 使它们与贱金属在阴离子交换柱上得到分离, 再用等离子体质谱(ICP-MS)测定。对国家一级标准物质的测定结果表明, 方法可满足地质样品中超痕量金铂钯的分析要求。

1 实验部分

1.1 仪器与主要试剂

电感耦合等离子体质谱仪(美国 TJA 公司 POEMS-I 型); 金、铂、钯标准溶液及工作液配制同文献^[5]; DT-1016 阴离子交换树脂(0.175 mm, 北京化工冶金研究院研制); 干树脂用水浸泡 24 h, 使其充分溶胀, 用 4 mol/L HCl 溶液浸泡转型后, 去离子水洗至中性, 装入高 120 mm, 内径 $\phi=5.5$ mm 的树脂柱中, 柱床高 90 mm; 试剂均为优级纯;

水为二次蒸馏水。

1.2 实验方法

准确移取一定量 Au、Pt、Pd 工作溶液于 25 mL 比色管中, 加入 0.25 mol/L HCl 溶液 2.5 mL, 定容至刻度, 缓慢倾入已装好的树脂柱中, 控制溶液流出速度为 0.5~1.0 mL/min。待试液流尽后, 用 0.025 mol/L HCl 溶液 20 mL 洗涤树脂, 再将树脂转移至瓷坩埚中, 干燥、灰化, 5 mL 王水溶解后, 定容于 10 mL 容量瓶中。稀释 10 倍后于 ICP-MS 仪上按表 1 所列参数进行测定。

表 1 仪器工作参数

Table 1 The operation parameters
for POEMS-I (ICP-MS)

工作参数 parameter	设定值 values	工作参数 parameter	设定值 values
入射功率	1.35 kW	冷却气流速	14 L/min
辅助气流速	1.5 L/min	载气流速	0.68 L/min
样品提升量	1.48 mL/min	测量方式	跳峰
每个峰测量时间	0.8 s	每个峰测量点数	5
测量次数	2	采样深度	8 mm
分辨率	86	操作压力	第一级 2.9×10^3 Pa
采样锥孔径	1.1 mm		第二级 6×10^{-2} Pa
截取锥孔径	1.0 mm		第三级 3×10^{-4} Pa

收稿日期: 2001-08-20; 修订日期: 2001-11-30

基金项目: 国家重点基础研究发展规划项目(G1999043212)

作者简介: 甘树才(1955-), 男, 辽宁阜新, 教授, 应用化学专业。

2 结果与讨论

2.1 上柱溶液酸度的选择

分别移取 1 mg/L Au、Pt、Pd 标准溶液 1 mL, 配制成 HCl 浓度为 0.005、0.01、0.025、0.05、0.10 mol/L 的工作液各 25 mL, 进行酸度对吸附率的影响实验。实验结果如图 1 所示。

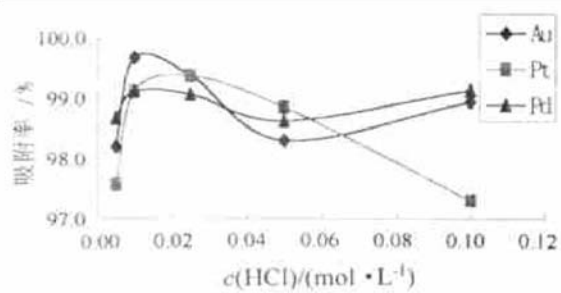


图 1 HCl 浓度对吸附率的影响
Fig. 1 The effect of HCl concentration on adsorption

由图 1 曲线可见, HCl 浓度为 0.01~0.05 mol/L 时, Au、Pt 和 Pd 基本上被定量吸附, 故选择最佳溶液酸度为 0.025 mol/L。

2.2 溶液流速的选择

准确移取含 Au、Pt、Pd 各 1 μg 的标准溶液于 25 mL 比色管中, 平行 5 份, 分别加入 0.25 mol/L

HCl 溶液 2.5 mL, 定容至刻度。改变上柱液流速 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL/min, 进行溶液流出速度对吸附率的影响实验。结果如图 2 所示。由图 2 可看出, DT-1016 阴离子交换树脂分离富集 Au、Pt、Pd 时, 随着流出速度增大, 吸附率呈下降趋势, 实验选择最佳流出速度为 0.5~1.0 mL/min。

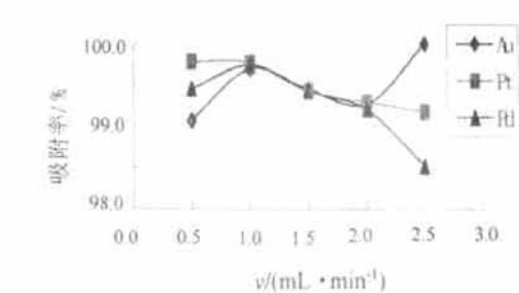


图 2 溶液流出速度对吸附率的影响
Fig. 2 The effect of flow rate on adsorption

2.3 标准回收实验

准确移取含 Au、Pt、Pd 各 10 ng 的标准溶液于 25 mL 比色管中, 按实验方法进行标准回收实验, 结果汇于表 2。实验结果表明, Au、Pt、Pd 的吸附率在 97.90% 以上。

表 2 标准回收实验

Table 2 Recovery results of Au、Pt、Pd

序号 No.	$m_{\text{加入}}/\text{ng}$ added			$m_{\text{吸附}}/\text{ng}$ adsorption			吸附率/% adsorption rate		
	Au	Pt	Pd	Au	Pt	Pd	Au	Pt	Pd
1	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	100.0	100.0	100.0
2	10.0	10.0	10.0	9.98	9.96	9.82	99.80	99.60	98.20
3	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	9.94	100.0	100.0	99.40
4	10.0	10.0	10.0	9.97	10.0	9.79	99.70	100.0	97.90

2.4 共存元素的影响

在含有 Au、Pt、Pd 各 10 ng 的试液中分别加入以下离子: 1 mg Al(III)、Fe³⁺、Ca²⁺、Mg²⁺, 0.3 mg Cr(VI), 0.1 mg Cu²⁺、Ni²⁺、Co²⁺、Ti(IV), 10 μg Mo(VI)、Ge(IV), 5 μg W(VI), 加入 0.25 mol/L HCl 溶液 2.5 mL, 定容于 25 mL 比色管中。具体操作同实验方法, 测定结果见表 3。从表 3 可以看出, 各种共存离子经 DT-1016 阴离子交换树脂分

离后, 不影响测定。

2.5 检出限与精密度

在确定的工作条件下, 以空白溶液 8 次测定值的 3 倍标准偏差所对应的浓度值为检出限, 得到: Au 为 0.27 μg/L, Pt 为 0.40 μg/L, Pd 为 0.19 μg/L。对铂族元素国家标准物质 GBW 07294 进行精密度试验, RSD(n=8) Au 为 19.2%, Pt 为 28.1%, Pd 为 15.6%。

表3 共存离子干扰实验^①
Table 3 Interference from foreign ions

共存离子 ion	m 测定 / ng		
	Au	Pt	Pd
Fe ³⁺	8.83	9.87	9.83
Al(III)	9.51	10.9	10.8
Ca ²⁺	8.63	9.64	9.71
Mg ²⁺	10.5	12.2	9.69
Cu ²⁺	8.19	11.0	7.87
Co ²⁺	10.1	10.2	10.1
Ni ²⁺	9.32	11.2	10.5
Ge(IV)	10.4	7.53	9.06
W(VI)	10.1	9.75	11.2
Mo(VI)	10.1	9.87	10.1
Ti(IV)	9.37	10.1	10.5
Cr(VI)	9.61	10.7	9.65

① Au、Pt 和 Pd 的试验质量均为 10 ng。

3 应用

称取国家一级标准物质 5.00 g 于瓷舟中, 650 °C 焙烧 2 h, 取出冷却, 转移至聚四氟乙烯烧杯中, 加入 25 mL HF, 110 °C 回流 1 h, 加热蒸干。加入 $\varphi=50\%$ 的王水 40 mL 溶解残渣, 继续蒸发至湿盐状后, 加入 0.25 mol/L HCl 溶液 5 mL, 定容于 50 mL 容量瓶中, 离心, 余同实验方法。实验结果见表 4。从实验结果可以看出, 测定值与标准值基本符合, 相对误差较小, 可满足地质样品分析要求。

4 参考文献

- [1] 张洪, 陈方伦. 铂族元素分析方法矿床地球化学及地球化学勘察[M]. 北京: 地质出版社, 1996. 1—8.

表4 标准样品测定结果^①

Table 4 Determination results in standard materials

标样号 sample	$w_B / 10^{-9}$						RE%		
	测定值 found			标准值 standard value			Au	Pt	Pd
	Au	Pt	Pd	Au	Pt	Pd			
GBW 07289	8.08	1.66	1.94	10±2	1.6±0.3	2.3±0.2	19.2	3.75	15.7
	10.2	1.57	2.37				2.00	1.88	3.04
GBW 07294	2.11	11.0	17.3	(1.8)	14.7±2.5	15.2±2.3	17.2	25.2	13.8

① () 数据为参考值。

- [2] Rehkamper M, Halliday A-N. Development and Application of New Ion-exchange Techniques for the Separation of the Platinum Group and Other Siderophile Elements from Geological Samples[J]. *Talanta*. 1997, 44: 663—672.
- [3] 曾英, 陈悦. 铂族元素的分离富集[J]. 冶金分析. 1997, 17(1): 26—28.
- [4] 刘时杰. 铂族金属提取冶金技术进展[J]. 贵金属. 1997, 18(3): 53—57.
- [5] 来雅文, 段太成, 甘树才, 等. C-410 树脂分离富集—等离子体质谱法测定地质样品中的金铂钯. (待发表).

Separation and Preconcentration of Gold, Platinum and Palladium in Geological Samples with DT-1016 Anion Exchange Resin

GAN Shu-cai¹, LAI Ya-wen¹, DUAN Tai-cheng²,
CAO Shu-qin³, GUO Jin-yong³, ZHAO Bing-nan¹

(1. Jilin University, Changchun 130026, China;

2. Changchun Institute of Applied Chemistry, Chinese Academy of Science, Changchun 130022, China;

3. Beijing Chemical Engineering Metallurgy Research Institute, Beijing 101149, China)

Abstract: Separation and preconcentration of gold, platinum and palladium in geological samples with DT-

1016 anion exchange resin have been studied in this paper. Au, Pt and Pd can be separated and concentrated quantitatively in a medium of 0.025 mol/L HCl and determined by ICP-MS. The adsorption rates for Au, Pt and Pd are 99.72%, 99.60% and 97.95% respectively. No interference from coexisting elements is found after separation. The detection limits for Au, Pt and Pd are 0.27 $\mu\text{g/L}$, 0.40 $\mu\text{g/L}$ and 0.19 $\mu\text{g/L}$ respectively. The method has been applied to the determination of Au, Pt and Pd in geological reference materials. The results are in agreement with certified values with precision of 19.2% RSD for Au ($n=8$), 28.1% RSD for Pt ($n=8$), and 15.6% RSD for Pd ($n=8$).

Key words: DT-1016 anion-exchange resin; separation and preconcentration; gold; platinum; palladium

analytikjenaAG

•2001 BCEIA 十大知名光谱仪器品牌•

德国耶拿分析仪器股份公司简介

德国耶拿分析仪器股份公司 (Analytik Jena AG, 简称 AJ 公司) 是德国最大的分析仪器公司之一。其前身为卡尔·蔡司 (Carl Zeiss Jena GmbH) 公司的分析仪器部, 公司总部设在世界光学精密仪器制造中心的德国耶拿 (Jena) 市, 并在 Jena, Eisfeld, Langewiesen 等地建有工厂。目前 Analytik Jena AG 在全球 80 多个国家设有分支机构。公司的宗旨是不断创新和追求活力, 支柱是其久负盛名的分析仪器。

从最初开始, Analytik Jena AG 就一直致力于研究、设计、开发和制造先进的分析仪器, 并且将创新作为公司永恒的目标。到今天, 他们的努力已经载入公司的史册。

Analytik Jena AG 在短短的几年里先后收购了 IDC 公司的股份, 全面接管了卡尔·蔡司实验室分析仪器的业务, 收购了 DOCTER OPTIC 在 Eisfeld 的工厂, 并于 1996 年通过 EN ISO 9001 质量认证。因为其良好的财务状况和发展前景而在德国法兰克福交易所成为股票上市公司。

公司目前的主要业务是研究、开发、设计和生产制造总有机碳 (TOC)/总氮 (TN) 分析仪, 有机卤素化合物 (AOX) 分析仪, 元素 (C S N Cl) 分析仪; 原子吸收光谱仪 (AAS); 紫外/可见 (UV/VIS) 分光光度计和生化分析仪器等。另外, Analytik Jena AG 还提供实验室的一体化解决方案。

在 Jena 的公司本部拥有德国最大的应用实验室, 聚集

了无机化学、有机化学及生物化学等方面的诸多著名专家, 著名的原子吸收专家魏尔茨 (B. Welz) 教授和李沃夫 (L'voy) 博士也担任该公司的技术顾问。Analytik Jena AG 一直致力于为用户提供最优秀的服务和支持。所有用户都可以在该实验室接受相关的培训。

Analytik Jena AG 公司在 2001 年 BCEIA 展览会上被全国广大用户评选为十大知名光谱仪器品牌。

今天, AJ 公司的主要产品和服务包括:

★ 化学分析仪器——原子吸收光谱仪 (AAS vario 6 系列 AAS ZEEnit 60 和 AAS solid), 紫外可见分光光度计 (SPECORD 200, SPECORD 50/40/30, SPECORD S100, SPEKOL 1100/1200 UV/VIS), 总有机碳/总氮分析仪 (TOC/TN), 有机卤分析仪 (AOX), 元素 (C N S Cl) 分析仪, 折光仪

★ 生化分析仪器——抗氧化剂和自由基分析仪 (PHOTOCHEM), 多孔板扫描仪 (FLASHScan S12), 生化型紫外可见分光光度计 (SPECORD BIO), 荧光关联激光共聚焦显微镜 (ConfoCor 2 FCS)

★ 实验室信息及管理系统

★ 实验室器材——实验室装备及实验室设计

★ 实验室一体化解决方案——实验室交钥匙工程

德国耶拿分析仪器股份公司北京代表处: 北京市东城区朝阳门北大街 8 号富华大厦 A 座 503 室, 邮编 100027

电话: 010- 65543879, 65543849, 传真: 010- 65543265, E-mail: info@analytik-jena.com.cn