

文章编号:1003-7837(2002)01-0064-04

活性炭富集、比色法测定 冶金浸出液中低含量的铂、钯

陈小兰, 林海山, 余璐

(广州有色金属研究院分析检测研究中心, 广东 广州 510651)

摘 要: 先采用活性炭富集冶金浸出液中低含量的 Pt、Pd, 再用比色法测定 Pt、Pd。活性炭吸附时盐酸介质浓度为 1.2 mol/L。直径 31 mm、高 150 mm 的活性炭柱完全吸附 Pt 和 Pd 的容量分别为 200 μg 和 150 μg 。用该法测定 Pt、Pd 结果稳定, 回收率在 95% 以上, 相对标准偏差小于 2.00%。

关键词: 活性炭吸附法; 比色法; 铂; 钯

中图分类号: O657.32 **文献标识码:** A

某矿山精矿的湿法冶金浸出液因含有大量的 Cu、Ni 和 Fe, 不能直接采用比色法测定其 Pt 和 Pd 的含量。若以 As、Se、Hg、Te 为载体, 用还原剂还原 Pt 和 Pd, 则操作冗长^[1], 且载体有毒, 因此少有人采用。本试验采用活性炭分离富集, 比色法测定 Pt 和 Pd。

1 试验部分

1.1 主要试剂

Pt、Pd 混合标准液 称取光谱纯 Pt、Pd 各 0.1000 g, 置于 50 mL 烧杯中, 加入 20 mL 王水, 加热溶解后, 加入 2 mL 50 g/L NaCl 溶液, 水浴加热蒸干, 用盐酸赶硝酸 3 次, 加 15 mL 浓盐酸溶解, 然后转入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液 1 mL 含 Pt、Pd 均为 1 mg。取适量再配成 1 mL 含 Pt、Pd 均为 100 μg 的 Pt、Pd 标准液。

活性炭 用 20 g/L 氟氢化铵浸泡粉状的活性炭后, 依次用盐酸($\varphi=2\%$)和蒸馏水洗涤, 晾干。

D₆DO 丙酮溶液 (12 g/L)。

1.2 设备和仪器

吸附柱 自制玻璃吸附柱, 内径 31 mm, 高 150 mm, 颈长 100 mm。

滤板 有机玻璃制, 直径 28 mm, 厚 3 mm, 钻有直径 1.5 mm 滤孔。

收稿日期: 2001-08-15

作者简介: 陈小兰 (1966-), 女, 广东高州人, 高级工程师, 学士。

万方数据

抽滤筒、真空泵、缓冲瓶装配成吸附装置。
723G 分光光度计。

1.3 试验方法

分别取一定量 Pt、Pd 混合标准液，置于 400 mL 烧杯中，分别加入不同浓度不同量的盐酸，最后加水至 200 mL，稍加热。将该溶液注入装有活性炭的吸附柱中吸附，先后用盐酸、氟氢化铵和蒸馏水洗涤。经洗涤的活性炭装入 50 mL 瓷坩埚中进行灰化、酸溶，加 3 滴 50 g/L NaCl 溶液，用盐酸赶硝酸 3 次，用 8 mol/L 盐酸定容。移取适当的溶液于分液漏斗，若不足 20 mL 用 8 mol/L 盐酸补足，加 D₅DO 显色。氯仿萃取后，用比色法测定 Pt、Pd。

2 结果与讨论

2.1 盐酸浓度的选择

取 1 mL Pt、Pd 混合标准液，Pt 和 Pd 的质量均为 100 μg，将所取标准液置于 400 mL 烧杯中，分别加入 2、10、20 mL 的浓盐酸，加水至 200 mL，这时盐酸浓度分别为 0.12、0.60、1.2 mol/L。然后进行吸附分离、测定^[2]。结果列于表 1。从表 1 可知，盐酸的浓度对钯的吸附影响较大，对铂影响则很小。为使 Pt、Pd 同时完全吸附，盐酸浓度选用 1.2 mol/L。

Table 1 Effect of HCl concentration on the adsorption rate of Pt and Pd						
$\alpha(\text{HCl})(\text{mol}\cdot\text{L}^{-1})$	加入量/ μg		测定量/ μg		回收率/%	
	Pd	Pt	Pd	Pt	Pd	Pt
0.12	100.0	100.0	87.6	99.7	87.6	99.7
0.60	100.0	100.0	90.7	99.6	90.7	99.6
1.2	100.0	100.0	98.0	99.8	98.0	99.8

2.2 活性炭柱对 Pt、Pd 的吸附容量

取 Pt、Pd 混合标准液 1、1.5、2、4 mL，溶液中 Pt 和 Pd 的质量均为 100、150、200、400 μg，将所取标准液分别置于 400 mL 烧杯中，各加 20 mL 浓盐酸，加水至 200 mL，用直径 31 mm，高 150 mm 的活性炭柱进行吸附分离，然后用比色法测定 Pt 和 Pd。结果列于表 2。由表 2 可知，在相同的条件下，Pt、Pd 的完全吸附容量分别为 200 μg 和 150 μg。

Table 2 Adsorption capacity of active carbon column for Pt and Pd					
加入量/ μg		测定量/ μg		回收率/%	
Pd	Pt	Pd	Pt	Pd	Pt
100.0	100.0	98.0	99.8	98.0	99.8
150.0	150.0	144.0	148.5	96.0	99.0
200.0	200.0	159.1	197.8	79.5	98.9
400.0	400.0	230.0	365.0	57.5	91.3

2.3 共存离子对测定的影响

试样经活性炭分离富集后,大量的 Cu、Ni、Fe 与贵金属分离了,残留的量对比色法测定 Pt、Pd 无影响.

2.4 样品分析步骤

分取某矿山湿法冶金浸出液 5~10 mL 置于 400 mL 的烧杯中,加入 20 mL (1+1)王水,加 1 mL 50 g/L NaCl,低温加热蒸干,用 5 mL (1+1)盐酸赶硝酸 3 次,加 20 mL 浓盐酸溶解,加水至 200 mL,温热.将溶液仔细倒入吸附柱内,吸附抽滤完毕,用温热盐酸($\varphi=2\%$)洗涤 6 次,再用温热 20 g/L 氟氯化铵洗 3 次,温水洗 6 次.把活性炭取下,放入 50 mL 瓷坩埚中,于电炉上烘干,然后移入高温炉中,于 650~700℃ 下灰化.用少量水湿润灰化物后,加 2 mL 浓王水溶解,蒸发至近干,加 3 滴 50 g/L NaCl 溶液,用盐酸赶硝酸 3 次,再用 20 mL 8 mol/L 盐酸溶解,然后转入分液漏斗中,准确加入 0.5 mL D₆DO 和 10 mL 氯仿,萃取 1 min.有机相放入 1 cm 比色皿中,以试剂空白为参比,于 454 nm 处测出吸光度,用工作曲线求出 Pd 量.弃去漏斗中剩余的有机相,准确加入 0.5 mL D₆DO 和 1 mL 2mol/L SnCl₂ 溶液,摇匀,立即准确加入 10 mL 氯仿,萃取 1 min.有机相放入 2 cm 比色皿中,以试剂空白为参比,于 520 nm 处测出吸光度,用工作曲线求出 Pt 量.

2.5 分析方法的准确度和精密度

2.5.1 加标回收试验

为了考察分析方法的准确度,进行了试样加标回收试验,结果列于表 3.从表 3 可知,试样加标试验的回收率在 95% 以上.

表 3 回收试验结果
Table 3 Results of recovery test

样品	试样含量/ μg		加标量/ μg		测定量/ μg		回收率/%	
	Pd	Pt	Pd	Pt	Pd	Pt	Pd	Pt
1 号 5.0 mL	32.2	18.6	100.0	100.0	130.2	117.6	98.0	99.0
2 号 5.0 mL	24.2	17.2	100.0	100.0	123.9	116.1	99.7	98.9
3 号 5.0 mL	19.6	12.3	100.0	100.0	115.5	111.2	96.0	98.9

2.5.2 精密度试验

为了验证本法的精密度,对冶金浸出液进行了 5 次独立测定,结果列于表 4.从表 4 可知,本方法分析结果相对标准偏差小于 2.00%.

表 4 冶金浸出液的分析结果和精密度
Table 4 Analysis results of metallurgy lixivium and precision

测定元素	含量/($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	平均值/($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	标准偏差/($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	相对标准偏差/%
Pd	6.38 6.43 6.36 6.40 6.44	6.40	0.033	0.52
Pt	3.71 3.56 3.65 3.75 3.70	3.67	0.073	2.00

3 结论

1. 用活性炭富集湿法冶金浸出液中低含量的 Pd 和 Pt ,然后用比色法测定 ,方法简单 ,分析结果稳定. Pt 和 Pd 的回收率在 95 % 以上 ,相对标准偏差小于 2.00 % .
2. 活性炭吸附 Pt ,Pd 的盐酸介质适合浓度为 1.2 mol/L. 直径 31 mm、高 150 mm 的活性炭柱 ,吸附最大容量 Pt 为 200 μg ,Pd 为 150 μg . 残留微量的 Cu ,Ni ,Fe 对比色法测定 Pt 和 Pd 无影响.

参考文献：

- [1] 蔡树型 ,黄超绍. 贵金属分析[M]. 北京 :冶金工业出版社 ,1984. 144.
- [2] 刘佩君 ,朱湘玉. 活性炭富集石墨炉原子吸收法测定高冰镍中金、铂、钯[A]. 中国有色金属分析论文选集[C]. 北京 :地质出版社 ,1998. 231 - 234.

Determination of the low content of Pt and Pd in metallurgy lixivium by active carbon concentration and colorimetric method

CHEN Xiao-lan , LIN Hai-shan , SHE Lu

(*Analytical & Testing Research Center , Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals ,
Guangzhou 510651 , China*)

Abstract : This paper reports a new method to determine low assay Pt and Pd in lixivium of metallurgy by active carbon concentraton and colorimetry. HCl medium concentration is 1.2 mol/L during active carbon adsorption. Active carbon column which is 31 mm in diameter and 150 mm high can adsorb completely 200 μg Pt and 150 μg Pd. This method provides a high stability , with the recovery over 95 % and relative standard deviation less than 2.00 % .

Key words : active carbon adsorption ; colorimetric method ; Pt ; Pd