

文章编号: 0254- 5357(2001)02- 0091- 06

NK8310 螯合树脂分离富集地质样品中痕量金银铂钯及其测定

李志强¹, 沈慧君²

(1. 首都师范大学化学系, 北京 100037; 2. 国家地质实验测试中心, 北京 100037)

摘要: 研究了硫脲螯合树脂(NK8310)分离富集地质样品中痕量 Au、Ag、Pt 和 Pd 的实验条件。在 $\varphi=10\%$ 的王水介质中, $[\text{AuCl}_4]^-$ 、 $[\text{AgCl}_2]^-$ 、 $[\text{PtCl}_6]^{2-}$ 和 $[\text{PdCl}_4]^{2-}$ 定量吸附于树脂上并与大量贱金属分离; 用 5 g/L 硫脲-0.12 mol/L HCl 溶液洗脱 Au、Ag、Pt 和 Pd, 回收率为 97%~104%。用硫镍矿管理样以及国家一级标准物质进行分析验证, 分析结果与推荐值及标准值吻合, 表明 NK8310 螯合树脂适用于地质样品中 Au、Ag、Pt 和 Pd 的分离富集。

关键词: 硫脲螯合树脂; 分离富集; 地质样品; 金; 银; 铂; 钯; 原子吸收光谱

中图分类号: O652.6; O657.31

文献标识码: A

贵金属被誉为“现代工业的维他命”, 贵金属分析一直是富于挑战性的工作^[1]。在地质样品中, 贵金属元素含量极低、分布不均匀, 且与大量贱金属共存, 测定前必须进行分离富集。分离富集的方法主要有火试金法、吸附法、溶剂萃取法、共沉淀法等。近年来, 对吸附法的研究较为活跃, 尤其是螯合树脂日益受到重视^[2]。用螯合树脂分离富集, 结合现代分析仪器同时测定多个贵金属元素, 是分析工作者多年来研究的课题之一^[3~8]。

NK8310 螯合树脂曾用于分离富集 Au^[9]。笔者研究了 NK8310 螯合树脂分离富集痕量 Au、Ag、Pt 和 Pd 的实验条件。实验结果表明, NK8310 螯合树脂对 Au、Ag、Pt 和 Pd 吸附能力强, 选择性好, 且易用酸性硫脲溶液洗脱, 大量贱金属离子不产生干扰, 适用于地质样品中 Au、Ag、Pt 和 Pd 的分离富集。

1 实验部分

1.1 仪器及工作条件

日立 Z-8000 偏振塞曼原子吸收分光光度计(火焰部分), 仪器工作条件列于表 1; PE-5000 石墨炉原子吸收分光光度计, 热解涂层石墨管(航空航天部北京材料工艺研究所), 仪器工作条件列于表 2。

表 1 Z-8000 仪器工作条件

Table 1 Z-8000 instrument operating parameters						
元素 El.	波长 nm	灯电流 mA	光谱通带 nm	乙炔压力 kPa	空气压力 kPa	燃烧器高度 mm
Au	242.8	10.0	1.3	24.5	157	7.5
Ag	328.1	7.5	1.3	29.4	157	7.5
Pd	247.6	10.0	0.4	19.6	157	7.5

表 2 PE-5000 仪器工作条件

Table 2 PE-5000 instrument operating parameters

元素 El.	波长 nm	灯电流 mA	光谱通带 nm	进样体积 μL	干燥		灰化		原子化		清除	
					T/℃	t/s	T/℃	t/s	T/℃	t/s	T/℃	t/s
Au	242.8	5	0.7	20	120	20	500	10	1800	3	2000	1
Pt	265.9	14	0.7	20	120	20	1400	10	2500	3	2600	1
Pd	244.7	10	0.7	20	120	20	1200	10	2500	3	2600	1

收稿日期: 2000-09-27; 修订日期: 2001-02-05

作者简介: 李志强(1967-), 男, 江西省余江县人, 助理研究员, 分析化学在读博士生。

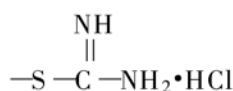
金、银、钯空心阴极灯(河北衡水宁强光源厂),铂空心阴极灯(Perkin-Elmer公司)。

Plasma 400 等离子体发射光谱仪(ICP-AES);VG Plasma Quad 等离子体质谱仪(ICP-MS)。

1.2 主要试剂

贵金属标准溶液:储备液为 300 mg/L Au(III), 1 mol/L HCl 介质; 1 g/L Ag(I), 9.6 mol/L HCl 介质; 300 mg/L Pt(IV), 6 mol/L HCl 介质; 100 mg/L Pd(II), 6 mol/L HCl 介质。使用时用 3 mol/L HCl 稀释成所需浓度的工作液。

NK8310 螯合树脂(天津市高等院校科技开发集团化轻工业技术开发公司), 40~60 目, 功能团为硫脲基团:



微型吸附柱: $\Phi=6\text{ mm}$, $l=100\text{ mm}$ 。

装柱步骤:用水浸泡 NK8310 螯合树脂。吸附柱下端垫玻璃纤维, 灌浆法装柱, 柱床高 6 cm。交换柱上端盖上玻璃纤维, 调节流速 1~2 mL/min。用 1.2 mol/L HCl 平衡交换柱, 即可使用。洗脱后, 用 5 g/L 硫脲-0.12 mol/L HCl 水和 1.2 mol/L HCl 洗涤树脂, 可重复使用 5 次。

其余试剂为优级纯和分析纯。

1.3 实验方法

取含 Au、Ag、Pt 和 Pd 各 30 μg 的混合标准溶液, 在 $\Phi=10\%$ 王水介质中上柱富集。收集流出液, 测定其中 Au、Ag、Pt 和 Pd 的残余量, 计算吸附率。用 1.2 mol/L HCl 淋洗贱金属。用 25 mL 热的 5 g/L 硫脲-0.12 mol/L HCl 溶液洗脱, 收集洗脱液, 测定其中 Au、Ag、Pt 和 Pd 的含量, 计算回收率。

除注明外, 均采用火焰和石墨炉原子吸收法测定: Pt 用 PE-5000 型 GFAAS 测定, Ag 用 Z-8000 型 AAS 测定, Au 和 Pd 根据含量选用测定方法。

2 结果与讨论

2.1 吸附条件试验

2.1.1 静态吸附

在 10 支 10 mL 比色管中, 各加入干树脂 0.2 g, 加含 Au、Ag、Pt 和 Pd 各 20 μg 的混合标准溶液, 以 HCl 调节酸度, 定容后使 HCl 浓度分别达 0.5、

1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0、7.0、8.0 和 9.0 mol/L, 振荡 3 h, 测定溶液中 Au、Ag、Pt 和 Pd 的残余浓度, 计算吸附率(R)。结果见图 1。

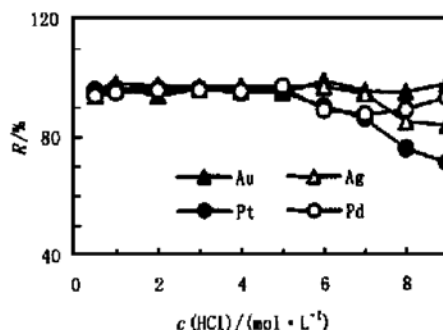


图1 HCl 浓度对吸附的影响

Fig. 1 The effect of HCl concentration on the adsorption

由图可知, 当 HCl 浓度在 0.5~5 mol/L 时, 树脂对 Au、Ag、Pt 和 Pd 的吸附率达 94.0%~98.0%。随着酸度的继续增大, 树脂对 Au 的吸附率基本不变, 对 Pd 的吸附率略降, 对 Ag、Pt 的吸附率持续降低。

实验表明, NK8310 螯合树脂能在较宽的酸度范围内定量吸附 Au、Ag、Pt 和 Pd。

2.1.2 动态吸附

动态吸附有利于加快吸附速度。考虑到保护树脂, 酸度不宜过高^[9], 文中选择 1.0 和 3.0 mol/L HCl 介质进行动态吸附试验。

取含 Au、Ag、Pt 和 Pd 的混合标准溶液三组, 平行 2~4 份, 调节 HCl 浓度为 1.0 和 3.0 mol/L, 以下按实验方法进行。结果列于表 3。

表3 NK8310 螯合树脂对 Au、Ag、Pt 和 Pd 的动态吸附
Table 3 Dynamic adsorption of NK8310 chelate resin for Au, Ag, Pt and Pd

元素 El.	加入量 $m_{\text{add}}/\mu\text{g}$	吸附率 ^① $R/\%$	加入量 $m_{\text{add}}/\mu\text{g}$	吸附率 ^② $R/\%$	加入量 $m_{\text{add}}/\mu\text{g}$	吸附率 ^③ $R/\%$
Au	0.05	98.3	1	97.9	15	98.0
Ag	0.05	98.3	1	97.9	20	100.2
Pt	0.05	97.8	1	90.9	30	98.6
Pd	0.05	97.5	1	95.2	10	97.8

① $c(\text{HCl})=1.0\text{ mol/L}$, 平行 4 份, ICP-MS 测定, 由国家地质实验测试中心温宏利提供数据。

② $c(\text{HCl})=3.0\text{ mol/L}$, 平行 3 份, ICP-AES 测定, 由国家地质实验测试中心梁汉文提供数据。

③ $c(\text{HCl})=3.0\text{ mol/L}$, 平行 2 份, 其余同 ②。

由表3可见,在1.0和3.0 mol/L HCl浓度下,树脂对0.05~30 μg 的Au、Ag、Pt和Pd的吸附率达90.9%~100.2%。实验表明,NK8310螯合树脂可定量吸附痕量Au、Ag、Pt和Pd。

2.1.3 王水浓度的影响

鉴于分析地质样品中Au、Ag、Pt和Pd时常用王水溶解矿样,为方便分析实际样品,考察了在王水介质中直接上柱时王水浓度对吸附率的影响。

按实验方法,取Au、Ag、Pt和Pd混合标准溶液6份,分别在王水浓度(φ)为5%、10%、20%、30%、40%和50%的介质中上柱富集,结果见图2。实验表明,在王水浓度为5%~20%时,树脂对Au、Ag、Pt和Pd的吸附率达98.0%~102.3%。随着王水浓度的继续增大,树脂对Au、Pd的吸附率基本不变,对Pt的吸附率略降,对Ag的吸附率急剧降低。

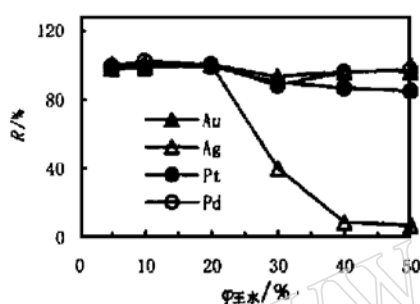


图2 王水浓度对吸附的影响

Fig. 2 The effect of concentration of aqua regia on the adsorption

综上所述,在适当浓度的HCl或王水介质中,NK8310螯合树脂都能定量吸附Au、Ag、Pt和Pd。以下实验中使用10%王水介质。

2.1.4 流速的影响

取含Au、Ag、Pt和Pd各20 μg 的混合标准溶液,即使以吸附柱的最大流速4 mL/min上柱富集,吸附率仍可达99.5%~100.0%。表明在标准溶液试验中,流速对吸附没有影响。

但在分析金标准样品GAu-18和5个实际样品(北京市海淀区流体技术公司送样)中Au含量时,当流速 ≤ 2 mL/min时,测定值为标准值及对照值(泡塑吸附法测得)的96.1%~109.0%,基本吻合;而当流速 ≥ 3 mL/min时,测定值仅为标准值和对照值的41.7%~57.5%,严重偏低。数据对照见表4。

表4 流速对分析样品中Au含量的影响

Table 4 The effect of flow rate on the analytical results of Au

样号 sample No.	流速 $v / (\text{mL} \cdot \text{min}^{-1})$	$w(\text{Au}) / 10^{-6}$	
		found	other ^①
GAu-18	1.3	10.9	10.0
	3.0	5.6	10.0
样品1	1.5	69.2	63.9
	3.5	35.5	63.9
样品2	2.0	45.3	46.3
样品3	1.8	39.2	36.0
	4.0	15.0	36.0
样品4	1.8	69.2	72.0
	4.0	41.4	72.0
样品5	2.0	59.3	56.4

① 样品1~5的对照值由国家地质实验测试中心曾法刚提供。

可见,在分析实际样品时,流速太快对富集效果有较大的影响。流速选择适当与否,直接影响到分析结果的准确性^[8]。以下实验中选择1~2 mL/min流速。

2.1.5 柱床高度的影响

按实验方法,取Au、Ag、Pt和Pd混合标准溶液4份,分别流过柱床高度为1、2、4、6 cm的吸附柱进行富集。结果表明,在这4种条件下,吸附率可达99.1%~102.0%。

考虑到柱床高有利于定量富集^[8],选择柱床高度为6 cm。

2.2 洗脱条件试验

2.2.1 洗脱剂的选择及硫脲浓度的影响

分别试用HCl、HNO₃、HClO₄、二苯硫脲、氨基硫脲作洗脱剂,都不能定量洗脱Au、Ag、Pt和Pd,而酸性硫脲洗脱效果好。

按实验方法,取Au、Ag、Pt和Pd混合标准溶液6份,分别在6支吸附柱上富集,以25 mL热的1、2、5、10、20、50 g/L硫脲-0.12 mol/L HCl溶液洗脱(图3)。

结果表明,除1 g/L硫脲对Pt、Pd回收率偏低外,2~50 g/L的硫脲对Au、Ag、Pt和Pd的回收率达92.5%~106.7%,以下实验中选用5 g/L硫脲。

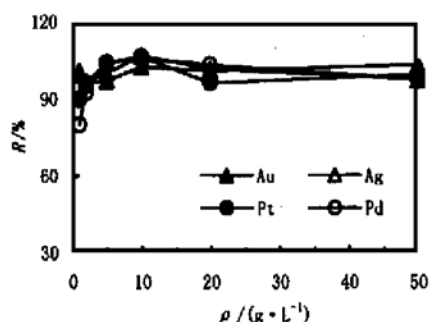


图3 硫脲浓度对回收率的影响

Fig. 3 The effect of concentration of thiourea on the recovery

2.2.2 HCl 浓度对回收率的影响

按实验方法,取 Au、Ag、Pt 和 Pd 混合标准溶液 4 份,分别在 4 支吸附柱上富集,以 25 mL 热的 5 g/L 硫脲-0.12、0.6、1.2、2.4 mol/L HCl 溶液洗脱(图 4)。

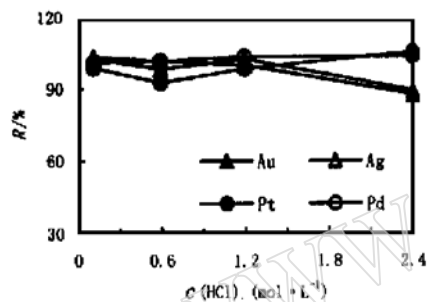


图4 HCl 浓度对回收率的影响

Fig. 4 The effect of HCl concentration on the recovery

结果表明,除 2.4 mol/L HCl 浓度下对 Au、Ag 的回收率偏低外,0.12~1.2 mol/L 浓度下对 Au、Ag、Pt 和 Pd 的回收率达 92.5%~103.3%,以下实验中选用 0.12 mol/L HCl。

2.2.3 洗脱体积的影响

按实验方法,取 Au、Ag、Pt 和 Pd 混合标准溶液,在螯合树脂上富集,洗脱,每 5 mL 收集洗脱液一次,测定其中 Au、Ag、Pt 和 Pd 的浓度,结果见图 5。

由图 5 可见,前 5 mL 不能洗脱 Au、Ag,至 30 mL 时可定量回收 Au、Ag、Pt 和 Pd。

2.2.4 洗脱温度的影响

为提高洗脱效果,试验了温度的影响。洗脱剂加热至近沸后使用效果好。热洗脱剂使用量试验结果见图 6。

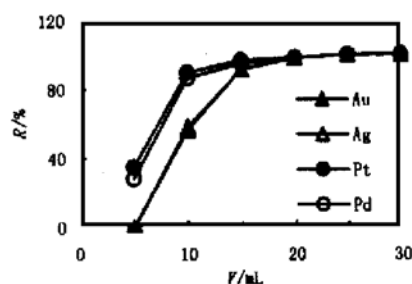


图5 洗脱体积对回收率的影响

Fig. 5 The effect of volume of eluant on the recovery

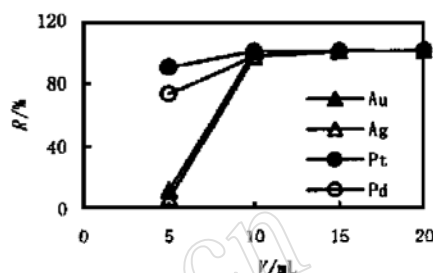


图6 热硫脲洗脱效果

Fig. 6 The elution with hot thiourea

结果表明,用热洗脱剂 10 mL 即可洗脱 95.0% 以上的 Au、Ag、Pt 和 Pd,定量回收所需体积比室温下洗脱时少用 10 mL 以上。

为定容方便,以下实验中选用 25 mL 热的 5 g/L 硫脲-0.12 mol/L HCl 溶液作为洗脱剂。

2.3 共存离子的影响

2.3.1 贵、贱金属的分离

将 8 种贱金属离子(mg 量) Sc(III)、V(V)、Co²⁺ 4、Ti(IV) 2、Cr(VI) 354、Mn²⁺ 65、Fe³⁺ 2100、Ni²⁺ 63 与 Au、Ag、Pt 和 Pd 混合后上柱,以 25 mL 1.2 mol/L HCl 淋洗吸附柱,按实验方法洗脱,以 ICP-AES 法测定洗脱液中贱金属离子的含量,计算贱金属的残余比例。

结果表明,在洗脱液中 Cr(VI) 仅剩 1.7%, V(V) 为 0.53%,其余离子都在 0.2% 以下。可见,经螯合树脂分离后,上述贱金属 99% 不再与贵金属共存。后续干扰实验及样品分析表明,Cr(VI)、V(V) 等多种贱金属离子对 Au、Ag、Pt 和 Pd 的测定基本无干扰。

2.3.2 淋洗体积的选择

Fe、Cu 和 Ni 在含贵金属的矿样中大量共存。考察了这 3 种贱金属在柱上的淋洗行为。

将含 Fe^{3+} 、 Cu^{2+} 和 Ni^{2+} 各 1 mg 的混合溶液在 10% 王水介质中以 2 mL/min 速度流过交换柱, 然后用 1.2 mol/L HCl 溶液淋洗, 每 10 mL 收集一次淋洗液, 用 AAS 法分别测定 Fe^{3+} 、 Cu^{2+} 和 Ni^{2+} 浓度, 得相应的淋洗曲线。

实验表明, 用 1.2 mol/L HCl 溶液 50 mL 可淋洗 95% 以上的 Fe^{3+} 、 Cu^{2+} 和 Ni^{2+} , 用 80 mL 可淋洗完全。可见, 经 1.2 mol/L HCl 溶液充分淋洗后, Fe^{3+} 、 Cu^{2+} 和 Ni^{2+} 不存留于吸附柱上而与 Au、Ag、Pt 和 Pd 分离。

2.3.3 共存离子对 Au、Ag、Pt、Pd 回收率的影响

按实验方法, 将含 Au、Ag、Pt 和 Pd 各 30 μg 的混合标准溶液与一定量的贱金属离子混合上柱, 以 50~100 mL 1.2 mol/L HCl 淋洗后, 洗脱 Au、Ag、Pt 和 Pd 的结果见表 5。

表中 31 种金属离子以一定含量共存时, Au、Ag、Pt 和 Pd 的回收率为 90.3%~110.8%, 表明这些贱金属离子对测定基本无干扰。

另将各 1 μg 的 Au、Ag、Pt、Pd 和各 1 μg 的 Rh、Ir、Os、Ru 混合上柱, 按实验方法洗脱。经两次实验, Au、Ag、Pt 和 Pd 的平均回收率在 95.0%~102.0%, 表明微克量的 Rh、Ir、Os、Ru 对 Au、Ag、Pt、Pd 的测定无干扰。

2.4 吸附和解吸机理的探讨

在 NK8310 螯合树脂吸附 $[\text{AuCl}_4]^-$ 、 $[\text{AgCl}_2]^-$ 、 $[\text{PtCl}_6]^{2-}$ 和 $[\text{PdCl}_4]^{2-}$ 的过程中, 可能同时存在两种作用: 螯合树脂既以功能团中的 Cl^- 与四种贵金属络阴离子进行离子交换, 又以功能团中的硫脲与之发生络合反应, 因此吸附能力强。而树脂与贱金属离子则没有这些作用, 所以选择性好。

当用热酸性硫脲溶液洗脱时, 由于条件的改变, 树脂上的贵金属络阴离子可能与硫脲发生配位体取代反应, 形成稳定的硫脲络合物, 从而得到解吸。

3 样品分析

称取 5~10 g 样品于 30 mL 瓷坩埚中, 置于马弗炉内, 由低温升至 600 $^{\circ}\text{C}$, 灼烧 2 h, 取出冷却。将样品移入 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入 10 mL HF 和 20 mL HCl, 在电热板上蒸干。加 20 mL HCl 溶解残渣并转入 250 mL 烧杯中, 蒸至近干。

表 5 共存离子对 Au、Ag、Pt、Pd 回收率的影响

Table 5 The effect of coexistent metal ions on the recovery

共存离子 coexistent metal ion	加入量 m_{add}/mg	回收率/%		recovery	
		Au	Ag	Pt	Pd
Li^+	10	100.8	109.2	94.9	107.5
Be^{2+}	0.5	102.5	97.5	93.8	105.8
B(III)	5	99.2	96.7	98.2	98.3
Mg^{2+}	2000	105.8	100.0	100.3	105.8
K^+	1000	99.2	103.3	100.9	100.8
Ca^{2+}	1000	95.8	99.2	92.0	94.2
Sc^{3+}	1	97.5	90.3	99.0	96.5
Ti(IV)	2	98.5	99.0	103.0	91.5
V(V)	5	99.5	93.5	106.5	93.5
Mn^{2+}	1	97.5	90.3	99.0	96.5
Fe^{3+}	2000	99.2	100.8	105.7	91.7
Co^{2+}	1	98.3	101.7	98.9	92.5
Ni^{2+}	100	110.0	103.3	96.2	105.8
Cu^{2+}	1000	110.8	90.8	95.2	110.8
Zn^{2+}	5	102.5	104.2	104.8	97.1
Ga^{3+}	1	95.8	101.7	104.9	103.3
Ge^{4+}	1	95.8	97.5	96.6	92.5
As(III)	1	97.5	93.3	92.9	95.5
Rb^+	5	99.2	103.3	98.9	95.0
Sr^{2+}	1	95.8	96.3	96.9	100.0
Mo(VI)	1	100.0	96.5	96.4	96.0
In^{3+}	1	90.8	96.7	99.4	95.8
Cd^{2+}	1	93.3	97.5	98.3	103.3
Sn^{2+}	1	99.2	98.3	107.6	99.2
Sb(III)	1	106.7	101.7	95.2	101.7
Cs^+	1	91.4	98.8	90.8	94.6
Ba^{2+}	100	97.5	96.7	91.7	99.2
Hg^{2+}	1	96.7	93.3	99.8	98.3
Tl^{3+}	1	92.5	97.5	106.1	99.2
Pb^{2+}	1	98.3	99.2	105.2	99.2
Bi^{3+}	1	90.8	98.3	94.2	91.3

加 40 mL 王水, 盖表面皿于电热板上溶解, 待近干时取下。洗净表面皿, 加水稀至 200 mL, 搅拌并加入 0.2% 聚环氧乙烷 5 mL, 过滤, 用 1.2 mol/L HCl 洗净残渣, 滤液全部上柱流尽。用 1.2 mol/L

HCl淋洗吸附柱,至无 Fe^{3+} 流出。用25 mL热的5 g/L 硫脲-0.12 mol/L HCl洗脱,收集洗脱液于25 mL比色管中。样品中贵金属含量低时,洗脱液体积可加热浓缩至10 mL或5 mL,按分析方法测

定Au、Ag、Pt和Pd含量。测定结果列于表6和表7,可见分析结果与推荐值及标准值吻合。实验表明,NK8310螯合树脂适用于地质样品中Au、Ag、Pt和Pd的分离富集。

表6 硫化铜镍矿管理样Au、Ag、Pt和Pd的测定结果

Table 6 Analytical results of Au、Ag、Pt and Pd in the geological sample

元素 El.	$w_B/10^{-6}$											RSD/ %
	推荐值	recom.	测定值									
Au	(0.15)	0.140	0.130	0.135	0.145	0.137	0.133	0.141	0.144	0.155	0.140	5.4
Ag	(1.5)	1.29	1.28	1.12	1.14	1.14	1.20	1.32	1.36	1.48	1.26	9.5
Pt	0.35	0.354	0.328	0.330	0.353	0.319	0.356	0.323	0.342	0.355	0.340	4.4
Pd	0.15	0.151	0.135	0.135	0.139	0.151	0.145	0.156	0.153	0.148	0.146	5.4

表7 国家一级标准物质中Au、Pt、Pd的分析结果

Table 7 Analytical results of Au、Pt、Pd in standard geological samples

样品 sample No.	$(w_B/10^{-9})$					
	Au		Pt		Pd	
	found ^①	stand.	found	stand.	found	stand.
GWB 07101 ^② (DZΣ-1)	1.3	1.4	5.0	4.0	4.9	5.0
GWB 07102 (DZΣ-2)	0.4	0.4	7.0	6.0	1.7	2.0
GWB 07291 (GPt-4)	5.4	4.3	57	58	64	60

①测定结果均为3次测定的平均值。②由于分析时未见Ag的标准值,没有对Ag的结果进行比较。

4 参考文献

- [1] 董守安. 贵金属材料分析[J]. 岩矿测试. 2000, 19(1): 20—31.
- [2] 吴瑞林, 吴立生, 罗一江. 贵金属分析[J]. 分析试验室. 1998, 17(5): 97—108.

- [3] 李玲颖, 周永洽, 尹铮, 等. 新型AP树脂对金及其它贵金属吸附性能和机理的研究[J]. 分析化学. 1987, 15(4): 297—302.
- [4] 常希俊, 苏致兴, 詹光耀, 等. 乙二胺改性聚氯乙烯大孔螯合树脂富集分离微量金、银、钯、铑的性能和机理研究[J]. 化学学报. 1990, 48(2): 157—161.
- [5] 俞祖根, 王虹, 李灿, 等. TSC大孔螯合树脂对金铂钯的吸附特性及其在岩矿分析中的应用[J]. 岩矿测试. 1991, 10(1): 9—12.
- [6] 段玉然, 李维华, 徐羽梧. 螯合树脂富集—激光气态等离子体发射光谱测定地质样品中铂族元素和金[J]. 分析化学. 1994, 22(4): 366—369.
- [7] 秦永超, 江祖成, 白帆, 等. 螯合树脂静态富集/电热蒸发(ETV)-ICP-AES测定铂族元素Pt、Pd和Os[J]. 分析试验室. 1997, 16(4): 5—8.
- [8] 李增文, 鲍长利, 张凯. 茜素红S螯合树脂分离富集测定地质样品中的痕量金、铂、钯[J]. 高等学校化学学报. 1998, 19(7): 1062—1064.
- [9] 赵熹南, 王昭军. NK8310螯合树脂吸附—原子吸收光度法测定铜精矿中的金[J]. 黄金. 1988, 9(1): 58—61.

(英文下转第99页)

(英文上接第 96 页)

Determination of Trace Gold, Silver, Platinum, Palladium in Geological Samples by AAS after Separation and Preconcentration of These Elements with NK8310 Chelate Resin

LI Zhi-qiang¹, SHEN Hui-jun²

(1. Department of Chemistry, Capital Normal University, Beijing 100037, China;

2. National Research Center of Geoanalysis, Beijing 100037, China)

Abstract: The sorption characteristics of the thioureido chelate resin (NK8310) for Au(III), Ag(I), Pt (IV), Pd(II) and the appropriate eluant for simultaneous elution of these elements have been investigated. The acidity of sample solution, column height, column flow rate, concentration and volume of eluting agent were also studied. The results show that $[AuCl_4]^-$, $[AgCl_2]^-$, $[PtCl_6]^{2-}$, $[PdCl_4]^{2-}$ are enriched on the NK8310 chelate resin column in 10% aqua regia solution and separated from base metals. Au, Ag, Pt, Pd sorbed on the resin can be quantitatively eluted with 5 g/L thiourea- 0.12 mol/L HCl and determined by atomic absorption spectrometry. Recoveries of these noble metals are in the range of 97% ~ 104%. The method has been applied to the determination of these elements in geological standard reference materials. The results obtained are in agreement with the recommended values of standard reference materials. It is proved that NK8310 chelate resin is suitable for separation and preconcentration of Au, Ag, Pt and Pd in geological samples.

Key words: thioureido chelate resin; separation and preconcentration; gold; silver; platinum; palladium; geological samples; atomic absorption spectrometry