

铂族元素矿石化验 钯含量化验

产品名称	铂族元素矿石化验 钯含量化验
公司名称	广东省广分质检检测有限公司
价格	.00/件
规格参数	
公司地址	广州市番禺区南村镇新基村新基大道1号金科工业园2栋1层101检测中心
联系电话	020-66624679 13719148859

产品详情

铂族元素矿石化验 钯含量化验

——活性炭吸附DDO光度法

任务描述

钯是铂族元素之一。在地壳中含量极微，属“超痕量元素”，比“稀有元素”还少，比某些“分散元素”分散。铂族元素的分析，是现今人们公认的一个难题。勘查地球样品中的铂族元素的含量低，基体复杂，样品均匀性差，干扰因素多；且铂族元素本身具有相似的电子层结构和化学性质，很多分析试剂能同时与多种铂族元素发生相似的反应并产生干扰，很难找到一些的分析试剂。加之，它们又多伴在一起，因此分离和测定十分困难。本次任务用DDO光度法测定矿石中的钯含量，通过本次任务，掌握两个知识点：一是钯的富集与分离，二是钯的显色测定。

任务实施

一、试剂配制

(1) 石油醚-三氯甲烷混合溶液 (3 + 1) : 石油醚的沸程在60 ~ 90 或90 ~ 120 为佳。

(2) DDO溶液 (2g/L) : 称取0.2g DDO溶于100mL丙酮中。

(3) 氯化钠溶液 (200g/L) : 称取20g氯化钠, 溶于100mL水中。

(4) 乙酸丁酯。

(5) 铍标准溶液: 称取0.1000 g光谱纯铍片于500mL烧杯中, 加20mL王水, 于砂浴上加热溶解, 然后以少量盐酸吹洗杯壁, 加入5滴氯化钠溶液 (200g/L), 并移到水浴上蒸干, 加2mL盐酸 (1 + 1), 蒸发到干, 反复处理三次, 取下用盐酸溶液 (8mol/L) 溶解, 移入1L容量瓶中, 并用盐酸溶液 (8mol/L) 定容, 此贮备液含铍100 μ g/mL。吸取10mL贮备液于500mL容量瓶中, 以并用盐酸溶液 (8mol/L) 定容, 此贮备液含铍2 μ g/mL。

二、分析步骤

称取10 ~ 30g试样于瓷舟中, 在550 ~ 650 的高温炉中焙烧1 ~ 2h, 中间搅拌2 ~ 3次, 冷后移入250mL烧杯中, 加入50mL王水 (1 + 1), 摇匀, 盖上表面皿, 在电热板上加热分解15 ~ 20min, 取下表面皿, 低温蒸至黏稠状, 加HCl重复蒸发两次 (每次5mL), 加水60mL稀释, 过滤。用水洗净烧杯及沉淀, 在滤液中加0.3g活性炭 (可滴加少量金标准溶液) 搅拌均匀, 放置过夜。用定性滤纸过滤并擦净烧杯, 再用水洗沉淀约15次。将活性炭连滤纸转移至瓷坩埚中, 放入马弗炉低温升至650 灰化完全。

在含铍灰分的瓷坩埚中加王水5mL, 水浴加热溶解, 加3滴氯化钠溶液 (200g/L), 继续水浴蒸干, 加盐酸2 ~ 3次赶硝酸。残渣用15mL盐酸溶液 (8mol/L) 溶解后, 并将此溶液移入25mL比色管中 (至20mL)。

加乙酸丁酯4mL萃取1min，分层后弃去有机相。在水相中加入1mL DDO溶液（2g/L），摇匀，放入60~70℃的水浴中保温10min，然后冷却（或在25℃的室温中放置1h），加入5mL石油醚-三氯甲烷混合溶剂，振摇1min，分层后，吸取有机相，用1cm吸收池，在波长450nm处以试剂空白作参比，测定其吸光度。

钯工作曲线的绘制：分别吸取含钯0、2.00、4.00、8.00、12.00、20.00 μg的钯标准溶液于25mL比色管中，用盐酸溶液（8mol/L）稀释至20mL，以下操作同试样分析步骤。

三、结果计算

钯的含量按下式计算：

岩石矿物分析

式中： $w(\text{Pd})$ 为钯的质量分数， $\mu\text{g/g}$ ； m_1 为从工作曲线上查得试样溶液中钯的质量， μg ； m_0 为从工作曲线上查得试样空白中钯的质量， μg ； m 为称取试样的质量， g 。

四、质量记录表格

测定完成后，填写附录一中质量记录表格3、4、8。

任务分析

一、方法原理

试样先经灼烧使某些不溶于王水的钯矿物转变为能在王水中溶解的单体金属，然后用王水分解，以HCl驱除大部分HNO₃后，加水稀释，滤去残渣。滤液用水稀释使溶液中含酸量每100mL不超过5mL，分数次加入活性炭以使钯吸附完全。滤出活性炭灰化后，溶于王水。先用乙酸丁酯萃取Au及Fe等杂质。然后在水相中使Pd与DDO反应。Pd()与双十二烷基二硫代乙二酰胺(DDO)生成黄色配合物，用石油醚-三氯甲烷混合液萃取测定钯。

二、干扰情况

在本法的显色条件下，80 μg Au()、40 μg Rh()、20 μg Ir()、20mg Ag()、100 μg Se()、40 μg Te()、20mg Fe()、20mg Cu()、50mg Ni()、50mg Pb()对钯的测定不干扰。硝酸根的存在对钯测定有严重干扰，导致结果偏低。高氯酸根的存在对测定无影响。

所取试样中钯含量小于5 μg时，采用目视比色本法可测低至0.01 g/t的试样。

三、配制贵金属标准溶液的注意事项

在贵金属分析化学中，通常使用贵金属的氯化物或氯离子配合物与各种试剂发生反应，因为贵金属氯化物和氯配合物的制备方法容易、稳定性好，而且具有确定的价态和形态。其他盐类，如硝酸盐、硫酸盐、盐等不够稳定，有的组成复杂，或与试剂反应难于进行。因此贵金属的标准溶液(除银一般是以AgNO₃形式配制外)大都是以氯配合物的形式制备。

采用纯度在99.95%以上的金属片或粉末以王水或(盐酸+氧化剂)溶解时，溶解之后应除去氧化剂，如用盐酸除硝酸和氮的氧化物时，应在沸水浴上小心蒸发，并加入氯化钠或氯化钾作保护剂；以盐酸溶液稀释定容时，应控制盐酸浓度，以便保证较高的氯离子浓度，避免价态的变化和发生水解，以保证标准溶液能够长期储存。

贵金属标准存储溶液应具有较高的金属离子浓度，以便在储存时不易发生浓度的变化。分析用标准工作

溶液常常由存储溶液稀释制备，但在常温下保存时间一般不得超过2个月。

贵金属标准溶液的储存是一个重要的问题。影响贵金属标准溶液稳定性的主要因素有两个方面：贵金属配合物离子的稳定性和容器对贵金属离子的吸附。配合物离子稳定性依赖于酸度和氯离子浓度。对于钼、钨标准溶液的储存，还应考虑挥发损失的问题，在盐酸（1mol/L）介质中，钨溶液保存在石英玻璃或玻璃容器里可稳定4个月，4个月后会损失25%；钼溶液只能稳定2个月，2个月后会损失50%。银标准溶液应避光保存。容器对贵金属离子的吸附与容器的种类和溶液酸度有关，溶液的酸度越高，器壁吸附越少。

。