

文章编号:1009-0258(2002)01-0041-04

氯化钠 - 硝酸溶矿—化学光谱法 测定化探样品中的痕量金

洪飞,刘耀华,张英明,巩宝珍

(山东省地质科学实验研究院,山东 济南 250013)

摘要: 化探样品经灼烧去除易挥发组分及有机物后,用硝酸和氯化钠分解,活性炭吸附柱分离富集,采用发射光谱分析法测定金。方法的检出限为 0.25ng/g。用化探金标准物质进行测定,其结果与标准值相符,在允许误差范围之内,标准物质平行测定 15 次的相对标准偏差为 14.4%。

关键词: NaCl-HNO₃ 溶矿;发射光谱分析法;金;化探样品

中图分类号: P575.4;P578.1⁺1

文献标识码: A

采用王水分解试样,活性炭动态吸附金,发射光谱法分析测定,是化探样品中测定痕量金的首选方法之一^[1]。然而,通过近几年的工作实践发现,在实验中,采用低成本的 NaCl 代替王水中的 HCl 进行分解试样,也可取得令人满意的效果。实验表明:NaCl-HNO₃ 对化探样品中的痕量金有较好的溶解作用,与王水分解法相比,不仅大大降低了成本,也改善了测试人员的工作条件,减少了对环境的污染。为化探样品中痕量金的测定提供了一种新的溶样方法。

1 实验部分

1.1 仪器及工作条件

(1) 摄谱仪:WPG-100 平面光栅光谱仪,光栅刻线 1200 条/mm,中心波长 300nm,中间光栅 2mm,狭缝 10 μ m;

(2) 激发条件:电源电压 220V,控制箱 2A,起弧 3s,12A 曝光 45s;

(3) 感光板:天津 型相板,A,B 显影液 1 1,20 显影 4 分钟,F-5 定影液定影至透明(约 10min);

(4) 分析线对与测定范围:Au 267.6/Pt 265.9,25~500ng; Au 274.8/Pt 265.9,500~1500ng;

(5) 谱线黑度的测量:使用 Zeiss G 型测微光度计,测量狭缝宽 0.2mm,高 12mm,P 标尺,以 P-logC 绘制标准曲线。

收稿日期:2001-12-20;修订日期:2002-01-25;编辑:孟舞平

作者简介:洪飞(1961-),女,山东济宁人,高级工程师,主要从事分析测试、科研及技术管理工作。

1.2 主要试剂

(1) 金标准溶液:称取纯金(99.9%)0.25g,溶于50ml王水,移入500ml容量瓶中,补加水75ml,以水稀释至刻度,摇匀,该溶液每毫升含金500 μ g。

标准系列的配制:首先分取金标准溶液,将浓度为10%的稀王水稀释至1ml等于1 μ g的金标准液,按表1准确分取1 μ g/ml及500 μ g/ml的金标准溶液,依次放入10个烧杯中,将浓度为10%的王水稀释至约100ml。用未处理过的活性炭0.5g做柱,每个标准用两个这样的柱先后吸附两次,使金全部富集在柱中,灰化,以未处理过的活性炭烧成的灰分补至200mg,用光谱纯碳粉补至2g,在玛瑙研钵中由低到高逐个研磨混匀约2h。该标准与缓冲剂1:2混匀即可。

表1 标准系列

Table 1 Standard series

编 号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Au (μ g)	0.0025	0.005	0.01	0.02	0.05	0.15	0.5	1.5	5	15
分取1 μ g/ml溶液的毫升数	2	4	8	16	40	120	—	—	—	—
分取500 μ g/ml溶液的毫升数	—	—	—	—	—	—	0.8	2.4	8	24

(2) 缓冲剂:称取纯铂20mg,溶于王水,蒸至小体积,转移到5g纯碳粉上,于马弗炉内(400)灼烧30min,取出冷却,以纯碳粉补至20g,在玛瑙研钵中研磨混匀2h,再将此备用物与光谱纯碳粉按1:9研磨混匀2h,即得含Pt浓度为0.01%的缓冲剂。

(3) 活性炭:国产粉状化学纯。取1000g粉状活性炭(过160目筛),将浓度为2%的氟化氢铵(NH_4HF_2)溶液5000ml置于塑料桶中浸泡5~7天,并不时搅动,清除悬浮物,澄清后倾出清液,以浓度为2%的盐酸浸泡半天,抽滤,并以浓度为2%的盐酸或蒸馏水洗至微酸性或中性,烘干备用。

(4) 盐酸纸浆(1%):取大张定性滤纸20g,以水浸泡揉碎,倒入浓度为1%近沸的2000ml稀盐酸溶液中,搅拌使其成絮状。

(5) 活性炭纸浆:量取浓度为1%的盐酸纸浆1000ml,加入处理过的活性炭6.25g搅匀,供25个样品使用。

1.3 样品处理步骤

称取经200目筛的样品10g于方瓷舟中,放入高温炉内,从低温升至650并保持2h,取出冷却。将样品移入250ml烧杯中,用10ml水润湿,加10ml硝酸及浓度为15%的100ml热食盐水,盖上表皿,摇匀,于电热板上低温加热,其间摇动数次,约1h后升温至沸腾,待体积浓缩至75ml时,取下趁热用水冲洗表皿与杯壁至80ml,摇匀。通过活性炭纸浆柱,抽气过滤,分离酸不溶物于布氏漏斗上,使金富集在活性炭中,用浓度为4%的王水洗烧杯与漏斗中残渣各5次(每次10ml),取下布氏漏斗,用热的2%氟化氢铵溶液洗柱5次(每次10ml),再用热的5%的食盐水洗柱4次(每次10ml),水洗一次,停止抽气,从柱中取出活性炭纸浆饼,放入10ml瓷坩埚中,置高温炉中从低温升至500灰化后关上炉门,然后升温至650~700灼烧1~2h,取出冷却,灰份约为0.25mg,在灰分中加5mg缓冲剂,用玻璃棒搅匀,全部装入电极中待光谱测定。

2 结果与讨论

2.1 硝酸用量实验

选取不同含量的标准物质 GAur-2(1.0 ng/g), GAur-4(35 ng/g), 15GRD-40(563 ng/g), 各称取 3 份(每份 10g), 置高温炉内灼烧后, 加入 15%浓度的食盐水 100ml, 分别加入浓硝酸 5, 10, 15ml, 按样品处理步骤进行操作, 其测定结果见表 2。

从测定结果可以看出, 除高含量的 15GRD-40 在加入 5ml 浓硝酸的条件下, 测定结果偏低以外, 其他的标准物质在不同的硝酸浓度下的测定值均与标准值相吻合, 故选择加入 10ml 浓硝酸作为样品分解的条件。

2.2 食盐溶液用量实验

标准物质的选取、方法步骤同上, 加入 10ml 浓硝酸后, 再分别加入为 5%, 10%, 15% 浓度的食盐溶液 100ml, 按样品处理步骤进行操作, 其测定结果见表 3。

表 2 硝酸用量实验结果

Table 2 Hydrogen nitrate amount used in test

标准物质	NaCl	浓硝酸	测定值 (ng/g)	标准值 (ng/g)
	(15%)			
GAur-2	100ml	5ml	1.2	1.0
GAur-2	100ml	10ml	1.5	1.0
GAur-2	100ml	15ml	0.9	1.0
GAur-4	100ml	5ml	37	35
GAur-4	100ml	10ml	31	35
GAur-4	100ml	15ml	40	35
15GRD-40	100ml	5ml	380	563
15GRD-40	100ml	10ml	580	563
15GRD-40	100ml	15ml	560	563

表 3 食盐用量实验结果

Table 3 Salt amount used in test

标准物质	浓硝酸	NaCl 溶液		测定值 (ng/g)	标准值 (ng/g)
		浓度	体积		
GAur-2	10ml	5%	100ml	0.8	1.0
GAur-2	10ml	10%	100ml	1.2	1.0
GAur-2	10ml	15%	100ml	1.3	1.0
GAur-4	10ml	5%	100ml	25	35
GAur-4	10ml	10%	100ml	38	35
GAur-4	10ml	15%	100ml	33	35
15GRD-40	10ml	5%	100ml	230	563
15GRD-40	10ml	10%	100ml	540	563
15GRD-40	10ml	15%	100ml	570	563

从测定结果可以看出, 当加入浓度为 5% 的食盐溶液, 其标准物质的结果均偏低, 而加入浓度为 10%, 15% 的食盐溶液, 其结果与标准值吻合, 因此选择加入浓度为 15% 的食盐溶液 100ml 做为样品分解的条件。

2.3 方法检出限

按样品处理步骤处理 12 个空白, 并连续测定, 求出 \bar{X}_0 及 S_0 , 根据检出限公式 $X_L = \bar{X}_0 + K S_0$ 算得该方法检出限为 0.25ng/g(其中 K 值取 3)。

2.4 方法精密度

选取标准物质 GAur-2(1.0 ng/g) 按样品处理步骤进行 15 次平行处理并测定, 其数据见表 4。

表4 精密度试验数据
Table 4 Precise denseness test

序号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
测定值	1.2	0.9	1.3	1.0	1.1	0.8	1.2	1.1	1.0	0.9	1.3	1.0	1.2	0.9	1.1

平均值 $\bar{x} = 1.07$; 相对标准偏差 $RSD = 14.4\%$ 。

2.5 方法准确度

用建立的方法分析了化探金标准物质 GBW07242 ~ GBW07248, GAu-1 ~ GAu-7 以及省二级标准物质 15 GRD-38 ~ 15 GRD-43, 其分析结果列于表 5。与标准值相比, 采用本法获得的金的分析结果, 均在标准值允许误差范围之内, 其准确度满足化探分析要求。

表5 标准物质分析结果对照 (10^{-9})

Table 5 Analysis contrast (10^{-9}) between standard materials (10^{-9})

标准物质	标准值	本法结果	标准物质	标准值	本法结果	标准物质	标准值	本法结果
GBW07242	0.5	0.8	GAu-1	13	15	15 GRD-38	1.1	1.3
GBW07243	1.5	1.4	GAu-2	1.0	1.1	15 GRD-39	0.5	0.8
GBW07244	5.3	5.1	GAu-3	6.0	5.9	15 GRD-40	563	560
GBW07245	11.4	12.0	GAu-4	35	31	15 GRD-41	2.5	2.8
GBW07246	21.5	22.6	GAu-5	3.2	4.1	15 GRD-42	4.0	4.0
GBW07247	50	47	GAu-6	25	27	15 GRD-43	6.0	6.8
GBW07248	100	106	GAu-7	87	83			

综上所述, 采用 NaCl 代替 HCl 分解化探试样, 可达到样品分析要求, 还可降低成本, 减少环境污染。

参考文献:

- [1] 徐子培, 郑尧. 120 万区域化探样品分析方法及质量管理[J]. 地质实验室, 1987, 3(增刊): 47 - 49.

Study on Using Sodium Chloride - Hydrogen Nitrate to Solute Ores and Using Chemical Spectrographic Method to Test Trace Elements of Geochemical Samples

HONG Fei, Liu Yao - Hua, Zhang Ying - Ming, Gong Bao - Zhen

(Shandong Institute and Laboratory of Geological Sciences, Shandong, Jinan 250013, China)

Abstract: After igniting to get rid of easy - volatile components and organic matter, using hydrogen nitrate and sodium chloride to solute, and using activated carbon adsorbed column to select and concentrate, using emission spectrographic analysis to test gold element, the detection limit is 0.25ng/g. The result is correspond with gold standard value being tested by geochemical exploration. Among permitted error bar, relative standard departure is 14.4% after 15 times tests of standard materials.

Key words: NaCl - HNO₃ solute ores; Spectrographic analysis; gold; geochemical exploration samples