

技术方法

泡沫吸附—等离子体光谱法测定常量金探讨

刘加召, 王琳, 吕有成

(山东省第八地质矿产勘查院, 山东 日照 276826)

摘要:利用泡沫塑料对地质样品中微量金进行富集, 已经是非常成熟的富集方法。常量金经过泡沫塑料吸附后, 用硫脲脱附原子吸收测定也是近几年许多实验室常用的方法。而用等离子体光谱仪测定常量金鲜有报道, 该方法简单、快捷, 通过对国家一级标样的分析试验, 对于金含量为 0.05~50.00 g/t 的样品能够满足要求。

关键词:泡沫塑料; 常量金富集; 等离子体光谱仪; 国家一级标样

中图分类号: O657.131

文献标识码: B

0 引言

地质样品中金含量的测定方法最经典的有: 活性炭吸附氢醌滴定容量法、活性炭吸附原子吸收分光光度法, 对于含量较高的金矿的测试方法有火法试金法等。以上方法过滤、分析流程长, 污染环境等在不同程度上存在一定缺陷^[1,2]。

通过泡沫吸附以后, 用等离子体光谱仪测定大大降低了金的测试范围, 能够更加准确地指导金矿的地质勘查工作。同时由于省去了静态吸附时间取而代之的是用振荡器震荡吸附。吸附时间较短, 提高效率的同时避免了人为因素影响。通过对于高、中、低含量的标准样品的测试试验, 吸附率、数据合格率等均达优秀。该方法适合测定范围 0.05~50 g/t。

1 方法部分

1.1 仪器及工作条件

美国热电等离子体光谱仪 6000 型。

1.2 试剂

盐酸: 分析纯; 硝酸: 分析纯; 聚氨酯软质泡沫塑料(厚度 0.5 cm); 金标准溶液 1mg/mL; 准确称取 1.0000 克海绵状金(99.99%), 溶于 20 mL 王水中, 放于电热板上加热溶至澄清后移入 1 000 mL 容量

瓶中, 加入 100 mL 王水定容至刻度摇匀, 此标准溶液金含量为 1 000 $\mu\text{g/mL}$; 标准曲线的绘制: 可采用标准金的王水溶液或按 1.3 分析手续配置标准, 标准系列与试样溶液同时测定。

1.3 分析手续

称取样品 20 g 于 50 mL 瓷坩埚中, 放入马弗炉中由低温升至 700 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 2 h^[3], 如含硫高的样品适当增加灼烧时间, 以除尽硫、碳及有机质等还原性物质。取出冷却后, 将试样移入 250 mL 三角瓶中加入 60 mL 1+1 新配制的王水, 置于电热板上加热煮沸。蒸至溶液剩余 20 mL 左右, 取下稍冷。用水稀释至 100~150 mL 放入 0.4~0.5 g 泡沫塑料, 用胶皮塞塞紧瓶口, 放在振荡器上振荡 30 min。取出泡沫塑料, 用自来水将泡沫塑料清洗干净。挤干, 放在 30 mL 瓷坩埚中, 加入无水乙醇 2 mL, 然后置于马弗炉中于 700 $^{\circ}\text{C}$ 灰化 2 h。取出冷却后加入新配制的纯王水 3 mL 放于电热板上加热, 使灰充分溶解后移入 25 mL 容量瓶中用蒸馏水定容至刻度摇匀, 沉淀 2 h 后, 与标准系列同时测定。

2 结果与讨论

2.1 泡沫塑料对金吸附能力试验与探索

分别取 0.2 g, 0.3 g, 0.4 g, 0.5 g, 0.6 g 泡沫塑料对 GBW07299 金标准样品进行吸附试验^[4], 测得

收稿日期: 2013-07-15; 修订日期: 2013-08-21; 编辑: 陶卫卫

作者简介: 刘加召(1977—), 男, 山东五莲人, 工程师, 主要从事实验测试及管理工作; E-mail: rzjiazhao@163.com。

的结果见表 1。

表 1 泡塑吸附能力试验结果

泡塑质量(g)	0.2	0.3	0.4	0.5
分析结果(g/t)	50.24	50.33	52.33	51.33

通过以上测定结果分析,泡塑质量小于 0.4 g 吸附率略有下降,因此取泡塑质量 0.4 g 为佳。

2.2 测定金矿标准样品结果对比试验

取 0.4 g 的泡沫塑料按照以上分析手续对 GBW070012, GBW070014, GBW07297, GBW07299 四个金标准样品进行了金回收试验,该次实验每个样品平行 5 份测得的结果见表 2。

表 2 一级标样分析结果(g/t)

GBW070012		GBW070014		GBW07297		GBW07299	
理论值	测定值	理论值	测定值	理论值	测定值	理论值	测定值
0.30	0.28	3.14	3.06	18.30	17.91	53.00	51.63
	0.29		3.13		18.01		52.27
	0.24		3.12		18.18		50.52
	0.28		3.05		17.55		52.89
	0.27		3.05		18.02		51.85

相对误差统计:见表 3

表 3 一级标样分析结果相对误差统计

样品号	平均值	理论值	相对误差 RE%
GBW070012 (g/t)	0.27	0.30	1.00
GBW070014 (g/t)	3.08	3.14	1.92
GBW07297 (g/t)	17.93	18.30	2.02
GBW07299 (g/t)	51.83	53.00	2.21

结果对比可见,此方法对于金的吸附率达 95% 以上,能够满足金测试质量要求。

2.3 标准回收试验

取 20 g 空矿向样品中加入 500 μg 的金标准溶液,至于马弗炉中按 1.3 分析手续处理,同标准曲线测定,测得的结果见表 4。

表 4 标准回收试验

样品	空矿	空矿+500 微克金标准
分析结果	<0.05	24.7

从表 4 中可以看出矿渣对于金的吸附没有影响,标准回收率达 98% 以上。

2.4 共存元素干扰情况

根据矿物中可能存在共生元素进行干扰试验。试验表明 Fe 5 g, Ca 5 g, Cu 1 g, Zn 500 mg, Ni 10 mg, Pb 500 mg, Al 1 g, Co 10 m, Se 10 mg 对该法测定无影响^[5]。

2.5 注意事项

(1)样品必须通过马弗炉灼烧,否则结果偏低。

(2)泡沫塑料要用新鲜的,颜色为白色,用前要用 5% 盐酸浸泡。

(3)灰化前一定要加入乙醇,不但提高灰化效果,而且可以除去产生的有毒气体。

(4)对于含量较高的样品,泡沫塑料可先进行吸附活性炭处理,以提高金的吸附率。

(5)对于长期使用该法分析金的实验室,可以总结一个经验系数来校正吸附率,从而提高准确度。

3 结语

泡沫塑料富集金原子吸收法分析矿石中的金,方法简便,易操作,成本低,分析速度快,并且能大批量分析样品,缩短分析时间。可较好的消除碳、硫及有机物对金的测定干扰,泡沫塑料富集原子吸收法测定地质样品中的金的精确度有所提高。

参考文献:

- [1] 尹明,李家熙.岩石矿物分析(第四版 第三分册):泡塑富集原子吸收光谱法[M].北京:地质出版社,2011.
- [2] 陈东志,李进军.泡沫塑料富集原子吸收法测定金的若干技术问题[J].黄金科学技术,2005,13(1,2):1-3.
- [3] 曹海宁,吕深山,李恒武,张确.泡沫塑料富集火焰原子吸收法测定铜精矿中金[J].分析测试通讯,1996,(6):234-236.
- [4] 肖克.金矿样品测试分析工作中有关问题的探讨[J].黑龙江地质,2001,12(1):1.
- [5] 周玲,杜建军,刘新玲.泡沫塑料吸附硫脲解脱原子吸收测定金[J].化学分析,1978,(11):77-79.

Discussion on Determining Constant Gold by Using Foam Adsorption—Plasma Spectrometry Method

LIU Jiazhao, WANG Lin, LV Youcheng

(No. 8 Exploration Institute of Geology and Mineral Resources, Shandong Rizhao 276826, China)

Abstract: By using foam plasma, trace gold in geological samples have been enriched. It is already a very mature enrichment method. After foam adsorption of constant gold, using thiourea to desorpt, then determined by using atomic absorption spectrometry is a method commonly used in many laboratories in recent years. While determination of constant gold by using plasma spectrometer has rarely been reported. This method is simple and fast. Through analysis and experiment on country—level standard samples, it is regarded that test can meet the requirements of the samples with gold contents of 0.05~50.00g/t.

Key words: Foam plastics; constant enrichment of gold; plasma spectrometer; country a standard sample