第 5 卷第 2 期
2015 年 6 月

中国无机分析化学
Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry

Vol. 5, No. 2
67～69

doi:10.3969/j.issn.2095-1035.2015.02.017

活性炭吸附-火焰原子吸收光谱法测定粗硒中的金

刘秋波　王皓莹

(北京矿冶研究总院,北京 102628)

摘　要　建立了活性炭吸附-火焰原子吸收光谱法测定粗硒中金量的分析方法。讨论了称样量、溶样条件和活性炭的灰化程度对金量测定的影响,并且对火焰原子吸收光谱法与火试金法测定粗硒中的金量做了比较。火焰原子吸收光谱法和火试金法测定的相对标准偏差分别为 1.3%～5.9%和 0.91%～7.8%;加标回收率分别为 93.1%～100.7%和 94.8%～102.2%。结果表明,方法有较好的精密度和准确度,并且具有较强的实用性。

关键词　活性炭吸附;原子吸收光谱法;粗硒;金

中图分类号:O657.31;TH744.12^{+}5　　**文献标志码**:A　　**文章编号**:2095-1035(2015)02-0067-03

Determination of Gold in Crude Selenium by Activated Carbon Absorption-Fire Atomic Absorption Spectrometry

LIU Qiubo, WANG Haoying

(*Beijing General Research Institute of Mining and Metallurgy*, *Beijing* 102628, *China*)

Abstract　A method has been established for the determination of gold in crude selenium by carbon adsorption-fire atomic absorption spectrometry. The effect of the sample weight, the sample pre-treatment conditions and the ashing degree of activated carbon on the determination of gold was investigated, and the contents of gold in crude selenium by fire atomic absorption spectrometry method and fire assay method were compared. The relative standard deviations (RSDs) obtained by fire atomic absorption spectrometry method and fire assay method were 1.3%～5.9% and 0.91%～7.8%, respectively. The recoveries were 93.1%～100.7% and 94.8%～102.2%, respectively. The results show that this method has good precision and accuracy, and it has strong practicality.

Keywords　activated carbon; atomic absorption spectrometry; crude selenium; gold

0　前言

粗硒[1],是铜阳极泥与硫酸焙烧过程中的一种产品,其中不仅含有大量的硒,同时富含一定量的金、银等贵金属。随着粗硒生产工艺的优化和量产,准确、高效地测定粗硒中的贵金属含量显得尤为重要,不仅可以指导冶炼生产,同时对粗硒交易具有十分重要的意义。目前测定贵金属的方法一般采用火试金法,但是该法操作步骤冗长,且使用氧化铅等有毒物质,容易造成环境污染[2]。

活性炭富集-火焰原子吸收光谱法(FAAS)是一种常见的金测定方法,该方法简单,快捷,干扰小,准确度高。本文是采用王水直接溶样,活性炭富集金,与基体硒分离,灰化后,火焰原子吸收光谱法测定金量,讨论了称样量、溶样的条件和活性炭灰化程度对金量测定的影响,并且对火焰原子吸收光谱法

收稿日期:2014-12-23　　**修回日期**:2014-2-28

基金项目:科技部重大仪器专项(2011YQ14014711)资助

作者简介:刘秋波,男,助理工程师,主要从事矿石中有色金属分析检测研究。E-mail: liuqiubo001@126.com

与火试金法测定粗硒中的金做了比较。

1 实验部分

1.1 实验仪器及参数

GBC-932B 原子吸收光谱仪(澳大利亚 GBC 仪器公司)。仪器的工作条件如表 1。

表 1 仪器的工作条件

Table 1 Working conditions of the instrument

工作条件	参数设置
波长	242.79 nm
火焰类型	空气-乙炔
乙炔流量	1.2 L/min
空气流量	6.0 L/min
灯电流	3 mA
燃烧器高度	6 mm
负高压	239.6 V

1.2 实验试剂

盐酸、硝酸、氟化氢铵、高锰酸钾、氯化钠、硫脲(10 g/L)均为分析纯;实验用水为二次去离子水。

金标准溶液(1 mg/mL):用分析天平准确称取 0.100 0 g 纯金(99.99%),置于 200 mL 烧杯中,加入 10 mL 王水,置于电热板上加热,直至金完全溶解,加入 15 滴氯化钠溶液(200 g/L),继续加热至把酸除干净,再加 2 mL 浓盐酸,重复操作两次。取下冷却至室温,将其转入 100 mL 容量瓶中,加入 20 mL 浓盐酸,稀释至刻度,摇匀,保存于阴凉处。

纸浆:将定性滤纸泡在水中,揉搓均匀。

1.3 实验方法

称取 2～3 g(精确至 0.000 1 g)样品于 100 mL 烧杯,加入 5～10 mL 水润湿,再加入 5 mL 浓硝酸,加热,溶解 10 min 后再加入 15 mL 浓盐酸,盖上表面皿,继续加热保持微沸 15～20 min(视样品的溶解难度),将溶液蒸至 20 mL 左右时取下烧杯,用去离子水洗涤杯壁和表面皿,控制溶液总体积约 50 mL,搅拌使可溶性的盐溶解,将烧杯静置冷却,如果发现还有不溶物存在,加少许的盐酸即可,待温度冷却至 40 ℃时过滤[3-4]。

将带有活动板的吸附柱装在抽滤筒上,倒入滤纸浆,抽干后厚度约为 2～3 mm,再倒入含有活性炭的纸浆(厚度视待测样品的含金量而定),抽干,在活性炭纸浆上覆盖一层 2 mm 厚的滤纸浆,用水清洗柱壁 2～3 次;装上布氏漏斗,在上面铺上一张直径为 7 cm 的滤纸,再倒少许纸浆于滤纸上,抽干。然后将试样溶液与残渣一起倒入漏斗中抽滤,待滤干后,用温热的盐酸(2%)洗涤烧杯 2～3 次,再清洗残渣和滤纸 5～6 次,拿掉布氏漏斗,用温热的氟化氢铵(20 g/L)洗涤吸附柱 3 次,再用温热的盐酸(2%)洗涤 3 次,最后用温水洗 5 次至中性,抽干后取下活性炭纸浆块。将纸浆块置于 25 mL 的坩埚中,在电炉上灰化至无烟状态,再将坩埚置于 750 ℃的高温炉中灼烧 30 min,至灰化完全。取出冷却,加入 3 mL 王水,在电热板上加热溶解,蒸至 0.5 mL,待冷却后转入容量瓶中,容量瓶中预先加入一定量的硫脲溶液(10 g/L),使其定容后的硫脲浓度为 0.40 g/L,用高锰酸钾溶液(5%)定容至刻度[5]。

2 结果与讨论

2.1 称样量的选择

粗硒中主体元素为硒,同时根据试样来源不同会含有部分铅、铜、硅,这些元素在原子吸收光谱法分析中几乎不影响结果的测定。影响样品称样量的主要因素是样品中硒、碳和硫的质量。如果称样量过多,样品中的硒、碳和硫含量较高,在溶样前必须进行灰化处理,去除大部分的硒、碳和硫[6]。另外,如果称样量过多,硒会在吸附的过程中伴随金进入活性碳,虽然经灰化去除了一部分硒,但溶液中仍然会残留一定量的硒,在原子吸收光谱法测定时,硒的浓度过高,造成误差就会变大[7]。因此为了避免过长的实验步骤,保证结果的准确性,选择称样量在 2～3 g。

2.2 溶样条件的选择

在溶样过程中,开始加入 15 mL 浓硝酸,加热反应 10 min 后,按照 1∶1的比例加入 15 mL 浓盐酸,样品溶解缓慢;按照 1∶2的比例加入 30 mL 浓盐酸,样品溶解较快,并且可以将样品中的金完全溶出,测定结果与试金结果一致;当按照 1∶3的比例加入 45 mL 浓盐酸时,样品反应剧烈,且造成酸的浪费。因此在实验过程中采用浓硝酸与浓盐酸的比例为 1∶2。

2.3 活性炭灰化程度对结果的影响

取等量的两份试样经炭化后,放入高温炉中不同的时间,其中一份含有少量的黑块,测定的结果如表 2 所示。

表 2 活性炭灰化程度对测定结果的影响

Table 2 Influence of ashing degree of activated carbon on measurement results /(g·t^{-1})

样品编号	样品测定平均值	未完全灰化测定值	完全灰化测定值
1	1.14	0.92	1.13
4	50.27	45.86	50.09
6	119.27	103.12	118.91

由表 2 的结果可知,当活性炭未完全灰化,测定的结果偏低,可能是因为活性炭未完全灰化,在用王

水溶解过程中不能将金完全溶解,导致结果偏低。

2.4　工作曲线绘制

取 10 mL 金标准溶液,用盐酸(2%)定容至 100 mL,质量浓度为 100 μg/mL。分别取 1.0,2.0,3.0,4.0 mL 的金标准溶液于 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 硫脲(10 g/L),用盐酸(2%)稀释至刻度,摇匀备用,标准溶液的浓度分别为 1.00,2.00,3.00,4.00 μg/mL。在选定的仪器工作条件下,测定金的吸光度,并绘制工作曲线:$A = 0.046C + 0.002$,$R^2 = 1$。测量空白标准溶液 11 次,以 3 倍标准偏差除以工作曲线斜率求得金的检出限为 0.01 ng/mL。

2.5　样品测定及精密度实验

用火焰原子吸收光谱法对行业标准起草时应用的粗硒样品中的金进行了测定,测定结果如表 3 所示,行业标准——"火试金法测定粗硒中金量"的验证结果如表 4 所示。

表 3　原子吸收法对样品测定结果

Table 3　Analytical results of the samples measured by atomic absorption spectrometry　/(g·t⁻¹)

样品编号	1#	2#	3#	4#	5#	6#
测定结果	1.14	14.01	30.53	50.85	117.39	181.55
	1.05	14.43	30.16	50.96	121.51	178.27
	1.09	14.75	29.95	49.62	120.42	184.69
	0.99	14.68	29.63	51.13	120.64	179.37
平均值	1.07	14.47	30.07	50.64	119.99	180.97
标准偏差	0.063	0.335	0.378	0.690	1.796	2.830
相对标准偏差 RSD/%	5.9	2.3	1.3	1.4	1.5	1.6

表 4　火试金法对样品测定结果

Table 4　Analytical results of the samples measured by fire assay　/(g·t⁻¹)

样品编号	1#	2#	3#	4#	5#	6#
测定结果	1.06	14.26	30.16	50.66	119.26	177.26
	1.26	14.56	30.46	49.36	122.26	180.56
	1.09	15.06	29.86	50.26	118.16	183.36
	1.12	14.76	29.92	51.66	119.59	178.53
平均值	1.13	14.66	30.10	50.49	119.82	179.93
标准偏差	0.088	0.337	0.273	0.954	1.739	2.661
相对标准偏差 RSD/%	7.8	2.3	0.91	1.9	1.4	1.5

由表 3 和表 4 的测定结果可知,原子吸收光谱法测定金的相对标准偏差在 1.3%～5.9%,而火试金法测定金的相对标准偏差在 0.91%～7.8%;结果表明,两种方法测定粗硒中金的标准偏差相当,精密度均较好,都适用于测定粗硒中的金。

2.6　加标回收实验

用原子吸收光谱法和火试金法分别对 3#,4#,5# 粗硒样品做加标回收实验结果见表 5 和表 6。

表 5　原子吸收光谱法加标回收结果

Table 5　Recoveries of the samples measured by atomic absorption spectrometry　/μg

样品编号	含量	加入量	测得量	回收率/%
3	63.5	49	106.4	94.6
		102	154	93.1
4	117	106	219	98.2
		154	271	100.7
5	266	248	498	96.9
		297	549	97.5

表 6　火试金法加标回收结果

Table 6　Recoveries of the samples measured by fire assay　/μg

样品编号	含量	加入量	测得量	回收率/%
3	301	287	565	96.1
		326	641	102.2
4	505	494	956	95.7
		612	1 059	94.8
5	1 198	1 054	2 276	101.1
		1 368	2 502	97.5

从表 5,6 中可以看出,原子吸收法测定的金的加标回收率为 93.1%～100.7%,而火试金法测定金的加标回收率为 94.8%～102.2%,两种方法的加标回收实验满足测定金的要求,测定结果均准确可靠。因此,用火焰原子吸收法可以准确高效地测定出粗硒中的金量,并且该法具有仪器应用普遍,操作简单,环保等优点。

3　结语

样品采用王水直接溶样,活性炭富集金,然后采用火焰原子吸收光谱法测定粗硒中的金,实验讨论了影响测定粗硒中金量的各项因素,通过比较选择最佳的测定条件。并且对原子吸收光谱法与火试金法测定粗硒中的金做了比较。结果表明,火焰原子吸收光谱法测定粗硒中的金量,操作方法简单,精密度和准确度较好,有较强的实用性。

参考文献

[1] 奚英洲. 粗硒的生产实践及影响因素[J]. 有色矿冶,2009,25(4):32-34.
[2] 冯振华. 火试金富集-ICP-AES 法测定锡阳极泥中的铂、钯[J]. 中国无机分析化学,2013,3(增刊):97-99.
[3] 葛艳梅. 王水溶样-火焰原子吸收光谱法直接测定高品位金矿石的金量[J]. 岩矿测试,2014, 33(4):491-496.
[4] 程文翠,胡艳巧,刘爱琴,等. 一次溶矿、两种方法联用测定地质样品中的金[J]. 中国无机分析化学,2014,4(1):37-40.
[5] 蔡树型,黄超. 贵金属分析[M]. 北京:冶金工业出版社,1984:139-145.
[6] 马丽丽. 火焰原子吸收光谱法测定矿石中的金及影响因素探讨[J]. 当代化工,2012,41(5):657-658.
[7] 王皓莹,袁玉霞,陈殿耿,等. 火试金法测定铋渣料中高品位金银含量[J]. 矿冶,2012,21(3):100-102.