

doi:10.3969/j.issn.2095-1035.2015.02.014

火试金-原子吸收光谱法测定锡阳极泥中金、银含量

王皓莹

(北京矿冶研究总院,北京 102628)

摘要 锡阳极泥是锡冶炼过程中的一种中间产物,其中含有大量的金、银等贵金属。准确测定锡阳极泥中金、银含量有很重要的现实意义。采用火试金法能实现锡阳极泥中金、银含量的连续测定,方法准确度高,精密度好,金、银回收率在97.46%~101.66%,能很好地满足锡阳极泥中高品位金、银的测定。

关键词 火试金;锡阳极泥;金、银连测;铋;原子吸收光谱法

中图分类号:O657.31;TH744.12⁺5 文献标志码:A 文章编号:2095-1035(2015)02-0059-03

Determination of Gold and Silver in Tin Anode Slime by Fire Assay-Atomic Absorption Spectrometry

WANG Haoying

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

Abstract Tin anode slime is one of the intermediates in the process of tin metallurgy. It contains a mass of precious metal—gold and silver. It is of great importance to determine the content of gold and silver in tin anode slime. Fire assay method can meet needs of continuous determination of gold and silver by eliminating the interference of bismuth and precious metals. This method is of high accuracy and good precision. The recovery is 97.46%~101.66%. It can be used for the measurement of high grade gold and silver in tin anode slime.

Keywords assay; tin anode slime; continuous determination of gold and silver; bismuth, atomic absorption spectrometry

0 引言

锡阳极是锡冶炼过程中的一种中间产物,其中含有大量的金银等贵金属^[1],也是回收冶炼金、银的重要原料之一。随着有色行业的发展,锡阳极泥作为一种重要的冶炼原材料,其交易量正在逐渐增多。准确测定锡阳极泥中金、银的含量,就有很重要的现实意义。因锡阳极泥中含有大量火试金重量法测定的干扰元素,常见火试金重量法无法准确测定其金、银含量^[2]。经研究发现,采用原子吸收光谱法测定合粒中的铋量,解决了样品中的铋对火试金重量法

测定银量时的影响,通过采用火焰原子吸收光谱法测定金量,避免了锡阳极泥中微量铂族贵金属在重量法测金量时的干扰,实现了火试金法对锡阳极泥中金、银含量的准确测定。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

超微量电子天平(0.001 mg);GBC932B原子吸收光谱仪(澳大利亚 GBC 公司);4#黏土坩埚及镁砂灰皿。

盐酸、硝酸均为分析纯试剂;实验用水为二次去

收稿日期:2015-01-10 修回日期:2015-01-28

项目基金:科技部重大仪器专项(2011YQ14014177)资助

作者简介:王皓莹,男,工程师,主要从事矿石及有色金属中贵金属分析研究。E-mail:chemica_cn@sohu.com

离子水。

金标准溶液(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$):由金标准储备溶液(1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$,购自国家有色金属及电子材料分析测试)稀释配制而成。

铋标准溶液(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$):由铋标准储备溶液(1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$,购自国家有色金属及电子材料分析测试)稀释配制而成。

1.2 实验方法

1.2.1 银量的测定

称取 2.0 g(精确至 0.000 1 g)样品,采用与文献^[3]相同的配料,进行熔炼、灰吹、分金、二次试金补正分析与氧化铅空白试验。分金时保留分金溶液于烧杯中,加入 10 mL 盐酸,低温加热,待沉淀固化后,冷却,转入 100 mL 容量瓶中,以水定容,摇匀,静置至溶液澄清。于火焰原子吸收光谱仪 223.1 nm 波长下测定铋的浓度。合粒质量减去金的质量和残留的铋的质量即为样品中所含银的量。

1.2.2 金的测定

在金粒中加 10 mL 王水,电炉上加热 5 min,待金溶解后,冷却,以水定容于 100 mL 的容量瓶中,于火焰原子吸收光谱仪 242.8 nm 波长下测定金的浓度。

1.2.3 分析结果计算

按式(1),(2)计算金、银的含量(w_{Au} , w_{Ag}),以 g/t 表示:

$$w_{\text{Au}} = \frac{m_3 + m_6 - m_8}{m_1} \quad (1)$$

$$w_{\text{Ag}} = \frac{(m_2 - m_3 - m_5) + (m_4 - m_6) - m_7}{m_1} \quad (2)$$

式中 m_2, m_4, m_7 ——分别为主量分析、补正分析合

粒质量以及所用氧化铅中银的质量, μg ;

m_3, m_6, m_8 ——分别为主量分析、补正分析和所用氧化铅中金的质量, μg ;

m_5 ——铋残留量, μg ;

m_1 ——试料的质量, g。

2 结果与讨论

2.1 锡、锑、铜对测定的影响

锡阳极泥中主要含有大量的锡,含量在 30% 以上,还有 10% 左右的锑、铜、铋等元素。在铅试金的条件下,试样中的锡不易被还原成金属,但因锡易溶于铅,所以一部分锡会进入铅扣中。在灰吹时,铅扣中的锡很快被氧化成二氧化锡,若大量二氧化锡的存在,会形成一层不溶性的锡酸铅的黄色浮渣,盖住融铅表面,使灰吹停止。为了验证锡的影响可称取一定量的银于 30 g 铅皮中,加入 4 g 金属锡,进行灰吹,结果表明,30 g 的铅扣中,4 g 锡,不影响灰吹的进行。

锑和铅在液体时能相互溶解,因而铅扣中可能还有部分锑。少量的锑在灰吹时形成三氧化二锑,一部分变成气体,一部分和氧化铅被灰皿吸收,不影响结果的测定。

铜在熔炼造渣时,比铅容易被还原,若样品中铜含量较高,铅扣中会含有一定量的铜,铜在灰吹时会使熔铅的表面张力减小,影响金、银灰吹时的损失。为了确定铜在灰吹时对金银损失的影响,分别称取 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 g 高纯铜及 50 mg 银, 6 mg 金,包入 30 g 的铅箔中,进行灰吹。合粒分金后,测得金银含量见表 1。

表 1 铜对金、银灰吹的影响

Table 1 Influence of copper contents on Silver and gold-cupellation

铜质量/g	加入银的质量	加入金的质量	合粒质量	测得金质量	测得银质量	金回收率/%	银回收率/%
0	53.010	6.463	59.456	6.461	52.995	99.97	99.97
1.0	53.693	6.932	60.024	6.928	53.096	99.94	98.89
1.5	50.563	6.460	56.204	6.456	49.748	99.93	98.39
2.0	51.336	6.564	+				
2.5	53.952	6.048	+				

注:表中“+”表示不能灰吹

在能进行正常灰吹时,铜对金、银灰吹的影响很小,能满足分析的要求。

实验选择称取 2.0 g 左右的样品,控制了样品中锡、铜、锑的总量,在此条件下,锡、铜、锑均不影响金、银的分析测定。

2.2 铋的干扰与消除

在用传统火试金重量法测定锡阳极泥中银量时,合粒不正常,包含有其它杂质,测定值比实际值偏高。经研究发现,锡阳极泥合粒中包含的主要杂质为铋。铋在火试金熔炼造渣过程中,同铅、金、银

一起被还原,富集于铅扣中。灰吹过程中,铋的氧化过程后于铅,铅被氧化成氧化铅,被灰皿吸收后,部分铋不会被氧化,会同金、银一起形成合粒^[4]。这就造成了在用传统重量法测定锡阳极泥中银量时结果偏高的现象。实验采用保留分金溶液,用原子吸收光谱法准确测定分金溶液中铋的量,从而解决了铋的干扰问题。

2.3 共存元素对测定铋的影响

合粒经硝酸溶解,分金溶液只含有银和铋,银经氯化银沉淀,溶液中残留的共存元素只有少量的银。在测定铋量时,可只考虑少量银的影响。经实验表明,当溶液中的银含量小于 100 mg/L 时,对铋的测定没有影响。

2.4 铂族贵金属元素对金测定的影响

锡阳极泥根据生产来源不同,有的阳极泥中会有少量的铂等其它贵金属元素。这些贵金属元素富集于铅扣中,灰吹存于合粒^[5],硝酸溶解银后,铂等贵金属和金一样,不被溶解,采用传统重量法测定金时,对金的测定结果是正干扰。为了消除铂等贵金属元素的影响,同时根据锡阳极泥中金含量普遍不高的特性,金的测定采用火焰原子吸收光谱法,在金的波长 242.8 nm 处,微量的铂族元素不影响金的测定。

2.5 精密度与准确度实验

取已认证过的锡阳极泥样品,已知其中金、银含量(金含量 11.22 g/t,银含量 5 506 g/t),分别做方法加标回收实验与重复性实验。结果见表 2、表 3。

表 2 方法加标回收率

Table 2 Recovery of the method

加入银质量	加入金质量	样品中银质量	样品中金质量	测得银质量	测定金质量	银回收率/%	金回收率/%
20.042	100	11.012	22.44	30.967	119.9	99.57	97.46
30.109	200	11.012	22.44	41.622	224.7	101.66	101.13

表 3 精密度实验

Table 3 Precisions of the method

主量分析		校正分析		氧化铅中			银的测定			金的测定		
合粒质量	金质量	合粒质量	金质量	铋残留量	银质量	金质量	含量/ (g·t ⁻¹)	平均值/ (g·t ⁻¹)	RSD/ %	含量/ (g·t ⁻¹)	平均值/ (g·t ⁻¹)	RSD/ %
11.262	20.42	221	0.80	346	50	0.10	5.533			10.56		
10.916	22.93	242	0.85	228	50	0.10	5.428	5.506	1.3	11.84	11.22	5.7
11.219	21.57	236	1.05	268	50	0.10	5.557			11.26		

3 结论

通过控制样品称样量,避免了铜、锡、锑等元素的干扰;采用测定分金溶液中残留铋量,剔除了样品中铋对银测定的影响;金量的测定采用了原子吸收光谱法,避免了微量铂族元素在重量法时对金的正干扰,实现了火试金法对锡阳极泥中金、银量的连续测定。方法中金、银加标回收率分别在 97.46%~101.13%和 99.57%~101.66%,精密度好,适合于锡阳极泥中银含量 1 000~10 000 g/t,金含量 5.00~500 g/t 的测定,可作为行业标准方法进行推广。

参考文献

[1] 冯振华. 火试金富集-ICP-AES 法测定锡阳极泥中的

铂、钨[J]. 中国无机分析化学(*Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*), 2013, 3(增刊): 97-99.

[2] 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(*Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*), 2014, 4(1):37-40.

[3] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局、中国国家标准化管理委员会. YS/T745.2—2010 铜阳极泥化学分析方法:第 2 部分金量和银量的测定 火试金重量法[S]. 北京:中国标准出版社,2011:2-3.

[4] 王皓莹,袁玉霞,陈殿耿. 火试金法测定铋渣料中高品位金银含量[J]. 矿冶(*Mining and Metallurgy*), 2012, 21(3):100-102.

[5] 北京矿冶研究总院分析室编. 矿石及有色金属分析手册[M]. 北京:冶金工业出版社,1990:180-182.