

泡沫塑料富集-原子吸收光谱法测定铅精矿中的金

冉恒星

(汉中锌业有限责任公司 化验室, 陕西 汉中 724204)

摘 要 主要研究了铅精矿特别是高铅矿中金的溶解、富集分离、吸附富集条件、解吸条件。通过用泡沫塑料富集,原子吸收光谱法测定铅精矿中的金,测定方法的相对标准偏差小于5%,准确度满足生产需求。泡沫塑料富集分离金操作简便,无需特殊装置,可达到分离的目的,且选择性高,在保证分析结果质量的基础上加快了分析速度、降低了分析成本。

关键词 金;泡沫塑料富集;原子吸收光谱法;铅精矿

中图分类号:O657.31;TH744.12 文献标志码:A 文章编号:2095-1035(2015)03-0045-03

Determination of Gold in Lead Concentrate by Atomic Absorption Spectrometry with Polyurethane Foam Pre-concentration

RAN Hengxing

(Laboratory of Hanzhong Zinc Industry Co., Ltd., Hanzhong, Shaanxi 724204, China)

Abstract The analytical conditions were studied such as dissolution, enrichment and separation, adsorption enrichment, and desorption of gold in lead concentrate, especially in high lead ore in this paper. The samples were pre-concentrated by polyurethane foam and determined by atomic absorption spectrometry. The results indicated that the relative standard deviation (RSD) was less than 5% and the accuracy could meet the production requirements. The method for the separation of gold by polyurethane foam pre-concentration was easy to operate and need no special devices. It had high selectivity, as well as accelerating analytical speed and reducing analytical cost on the basis of ensuring the quality of analytical results.

Keywords gold; polyurethane foam pre-concentration; atomic absorption spectrometry; lead concentrate

0 引言

金的测定分析方法主要有:火试金法、原子吸收光谱法和分光光度法^[1-2]。火试金法主要测定样品含金量较高的试样,低含金量的金主要用原子吸收光谱法测定,其中微量金的测定还需要富集后才能测定。金的富集主要有活性炭富集和泡沫塑料富集^[3-5]。活性炭富集要用抽滤吸附装置,要制作吸附柱,吸附柱制作的好坏直接影响到吸附效果,从而使结果不稳定;而泡沫塑料吸附,硫脲-盐酸溶液解吸,原子吸收光谱法测定方法简单,结果也比较稳定^[6],

此类方法的文章也很多。但我们在分析工作中发现,对于铅含量大于70%的高铅铅精矿,金的分析结果普遍偏低,可能是铅的含量高,泡沫塑料对金的吸附产生了影响,造成结果偏低。为此,实验做了改进,分析结果的一致性和准确性大大提高,达到了预期的效果,满足了生产的需要。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

瑞利 WFX-110B 型原子吸收光谱仪(北京瑞利分析仪器公司);聚氨脂泡沫塑料(2.5 cm ×

收稿日期:2015-01-26 修回日期:2015-03-16

作者简介:冉恒星,男,工程师,主要从事铅锌冶金分析研究。E-mail:502009687@qq.com

2.5 cm×0.5 cm)。

金标准储备溶液(1 mg/mL):称取 0.500 0 g 纯金(99.99%)置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 王水,在电热板上加热溶解完全后,加入 5 滴氯化钠溶液(200 g/L),于水浴上蒸干,加 2 mL 盐酸蒸发至干(重复 3 次),加入 10 mL 盐酸,温热溶解后,移入 500 mL 容量瓶中,加 40 mL 盐酸,加水定容,摇匀。

金标准溶液(100 $\mu\text{g/mL}$):移取 10 mL 金标准储备溶液于 100 mL 容量瓶中,加入 9 mL 盐酸,以水定容,摇匀。

1.2 仪器工作条件

仪器的主要工作条件:分析用波长 242.8 nm,光谱通带宽 0.4 nm,灯电流 4 mA,燃烧器高度 6 mm,乙炔压力 0.1 MPa,乙炔流量 0.8 L/min,空气压力 0.22 MPa,空气流量 5 L/min。

1.3 实验方法

称取 5.0~10.0 g(精确至 0.000 1 g)样品于瓷方舟内,置于 400 $^{\circ}\text{C}$ 马弗炉内灼烧 2 h,600 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 2 h,并每隔 0.5 h 取出搅动一次。样品烧好后,取出冷却,移入 300 mL 锥形瓶内用少许水润湿,加 80 mL HNO_3 (1+2),加盖低温溶解至完全,冷却,加 200 mL 水,摇匀后静置 15 min,倾去上层清液(大约 100 mL),加 30 mL 王水,加 1~2 mL Br_2 ,加盖低温溶解,至体积缩小一半时再加 15 mL 王水,溶解蒸发至液体体积 15 mL 左右,用水冲洗杯壁至 150 mL 左右。加入事先用三正辛胺浸泡过的泡沫塑料 0.5~1.0 g,在振荡器上振荡 90 min。取出泡沫塑料洗净,挤干水份,移入 50 mL 事先加入 50 mL 硫脲(2%,含 3% 盐酸)的比色管中,沸水浴加热 30 min。取出泡沫塑料,溶液进行原子吸收光谱法测定。

标准曲线的绘制:分别移取 0.00,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00 mL 金标准溶液(100 $\mu\text{g/mL}$)于一组 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 王水,用水稀释至刻度,与样品同时测定。

由于消除了主要干扰,分析结果的一致性和准确性大大提高。

2 结果与讨论

2.1 酸浓度对吸附分离的影响

分别取 1.00 mL 金标准溶液(100 $\mu\text{g/mL}$)于五个 300 mL 锥形瓶中,分别加入 5,10,15,20,25 mL 王水,加水至 100 mL,加入 0.5 g 泡沫塑料,在振荡

器上振荡 90 min。取出泡沫塑料洗净,挤干水份,移入 50 mL 事先加入 50 mL 硫脲(2%,含 3% 盐酸)的比色管中,沸水浴加热 30 min。取出泡沫塑料,溶液进行原子吸收光谱法测定,结果见图 1。

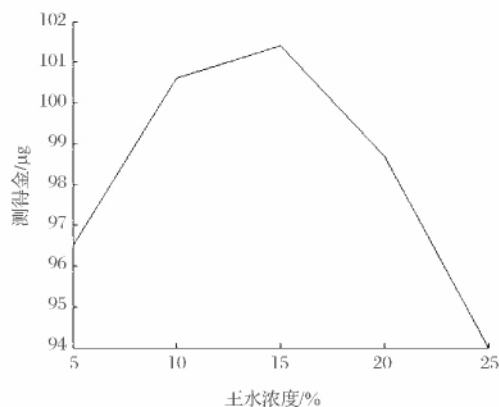


图 1 酸浓度对吸附分离的影响

Figure 1 Effect of pH on the adsorption separation of gold.

图 1 可以看出,在 10%~20% 的王水介质中,都能使金完全被吸附,酸浓度太低吸附不完全,酸浓度太高会吸附铁^[6],造成测定干扰,金的吸附率也会下降,故实验选择吸附分离酸度为 10% 的王水。

2.2 吸附时间对回收率的影响

分别取 1.00 mL 金标准溶液(100 $\mu\text{g/mL}$)于 4 个 300 mL 锥形瓶中,分别加入 10 mL 王水,加水至 100 mL,加入 0.5 g 泡沫塑料,在振荡器上分别振荡 30,60,90,120 min。取出泡沫塑料洗净,挤干水份,后面同实验方法操作。测定结果如图 2。

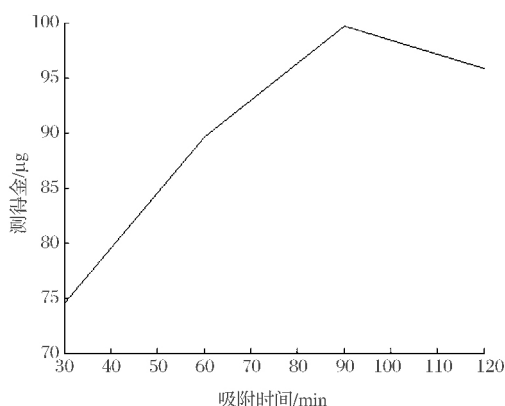


图 2 吸附时间对回收率的影响

Figure 2 Effect of adsorption time on the recovery.

泡沫塑料对金的吸附有良好的选择性,但通过图 2 也可以看出,吸附时间对金的吸附回收率有很大的影响,时间太短,吸附不完全,特别对金含量比

较低的样品,90 min 可以达到完全吸附,实验选择吸附时间为 90 min。

2.3 吸附时温度的影响

分别取 1.00 mL 金标准溶液(100 μg/mL)于四个 300 mL 锥形瓶中,分别加入 10 mL 王水,加水至 100 mL,加入 0.5 g 泡沫塑料,在温度分别为 10,15,20,25 ℃,在振荡器上振荡 90 min。取出泡沫塑料洗净,挤干水份,移入 50 mL 事先加入 50 mL 硫脲(2%,含 3%盐酸)的比色管中,沸水浴加热 30 min。取出泡沫塑料,溶液进行原子吸收光谱法测定,结果如图 3。

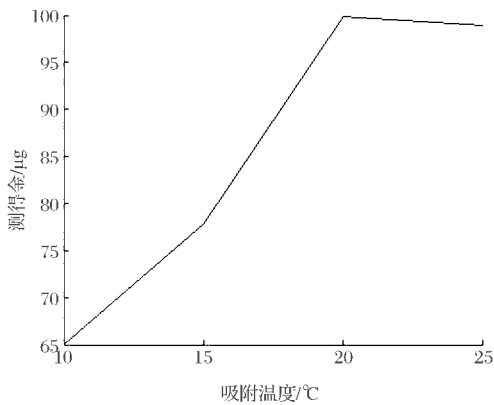


图 3 吸附时温度对回收率的影响
Figure 3 Effect of adsorption temperature on the recovery.

在日常的工作中我们发现吸附时的温度对分析结果有比较大的影响,通过上述实验也可以看出在吸附温度为 20~25 ℃回收率可达 98%以上,选取此温度为实验温度。

2.4 样品溶解方法的选择

铅精矿一般含硫较高,为了除硫,采用先焙烧后溶解的方式,焙烧时应从低温开始,先在 400 ℃时焙烧 2 h,以去除有机物以及砷化物等,然后升温至 600~650 ℃使矿物中的硫得以氧化去除;为防止烧结和硫的完全去除,每隔 0.5 h 应搅动一次。对于含铅高的样品,在除硫后,先用硝酸使除金以外的元素溶解,然后将大部分铅分离,消除干扰。

2.5 结果对照

为了进一步证实此方法的准确性,又将同一样品送往权威部门进行校验,反馈结果(见表 1)证实了此方法的准确性和可靠性。

2.6 精密度实验

精密度是衡量实验测定结果可靠性的重要依据,按照实验方法对同一样品进行了 8 次分析测定,结果见表 2。

表 2 表明,分析测定结果重现性好,分析结果精密度满足分析需求。

表 1 结果对照表格

Table 1 The result comparison /(g · t ⁻¹)		
样品 Samples	分析结果 Analysis results	外检分析结果 Authoritative analysis results
铅精矿 1 [#] (高铅) Lead concentrate 1 [#] (High purity lead)	1.14	1.25
铅精矿 2 [#] (高铅) Lead concentrate 2 [#] (High purity lead)	1.65	1.51
铅精矿 3 [#] Lead concentrate 3 [#]	3.51	3.60

表 2 精密度实验结果

Table 2 Precision test results					/(g · t ⁻¹)	
样品名称	单次测定结果			平均值	相对标准偏差	
Sample	Single determination results			Average value	RSD/%	
铅精矿	1.64	1.75	1.58	1.65	4.4	
Lead	1.69	1.65	1.74			
concentrate	1.56	1.59				

3 结论

此方法运用到了生产分析中,分析结果稳定、准确、可靠、及时,便于实际操作,明显优于以往传统的方法,不仅节约了成本,而且使分析速度大大加快,从而保证了生产经营的顺利进行。

参考文献

[1] 任志海,夏照明,万兵. 王水密闭溶矿-火焰原子吸收光谱法测定金矿石中的金[J]. 中国无机分析化学(*Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*), 2015, 5(1):35-37.

[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] 熊昭春. 泡塑吸附技术研究及其在化学分析中的应用[M]. 北京:地质出版社,1992.

[4] 申玉民,张宁,郭秀平,等. 泡沫塑料吸附-电感耦合等离子体发射光谱法测定地质样品中的金[J]. 中国无机分析化学(*Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*), 2013, 3(4):24-26.

[5] 李华昌,屈太原,何飞顶. 贵金属元素分离富集技术进展[J]. 中国无机分析化学(*Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*), 2011, 1(1):7-12.

[6] 张明祖,覃路燕,郭炳北. 泡沫塑料富集原子吸收法测定矿石中的金[J]. 黄金(*Gold*), 2013(3):72-75.