

文章编号: 0254 - 5357(2013)03 - 0427 - 04

火焰原子吸收光谱法测定高品位金矿石中的金

付文慧¹, 艾兆春², 葛艳梅¹, 李 亚¹

(1. 黑龙江省地质矿产测试应用研究所, 黑龙江 哈尔滨 150036;

2. 国防科技工业 2311 二级计量站, 黑龙江 哈尔滨 150046)

摘要: 采用经典火试金法测定高品位金, 操作流程长, 影响因素多, 在铅扣灰吹过程中易挥发逸出大量的铅, 对实验环境造成严重污染。本文将 20.0 ~ 100.0 g 取样量先分成若干小样量进行焙烧, 经 50% 王水完全分解后分离滤渣, 所得若干份滤液定容于同一容量瓶内, 分取适量体积进行泡沫塑料富集, 将富集金的泡沫塑料灰化后用浓王水复溶, 以火焰原子吸收光谱法 (FAAS) 测定高品位金矿石中金的含量。方法检出限为 0.101 $\mu\text{g/g}$, 通过多个国家一级标准物质和分析样品验证, 准确度和精密度满足相关要求。此方法测定灵敏度高, 取样量为 20.0 ~ 100.0 g, 有效地提高 FAAS 法取样代表性, 同时拓展了 FAAS 法测定矿石中金的含量范围, 针对 50.0 ~ 550.0 $\mu\text{g/g}$ 中高含量段的金结果同样可靠。

关键词: 高品位金矿石; 金; 火焰原子吸收光谱法

中图分类号: P578.11; O614.123; O657.31

文献标识码: B

金的分析测试技术经过几十年的发展, 已扩展出火试金法、氢醌滴定法、碘量法、硫代米蚰酮比色法、电化学分析法、发射光谱法、电感耦合等离子体发射光谱法、火焰原子光谱吸收法 (FAAS) [1-3] 等诸多方法。其中, 金含量大于 50.0 $\mu\text{g/g}$ 的高品位金矿石的分析测试, 主要以火试金重量法 [4-5] 和氢醌滴定容量法 [6-8] 等分析方法为主, 这些方法不仅对分析操作人员的工作经验要求较高, 且实验流程长、操作繁琐、化学试剂使用量大、测定干扰多, 一直发展较为缓慢。随着地质找矿的深入, 大量高品位金矿被陆续发现, 拓展高品位金的简易分析方法显得尤为重要。

将 FAAS 法应用于高品位金矿石的测定无疑是解决上述问题、提高工作效率的较好途径。多年来, 原子吸收光谱法因操作简便、稳定性好、分析速度快、实验成本低等优点被广泛地应用于岩矿测试中金、银、铜、锰等 70 余种金属元素的常量分析测定 [9-11]; 但因其工作曲线线性范围较窄, 许多元素的高品位精矿无法用 FAAS 法得到满意的结果。相比较, 金矿石样品的分析处理方法具有一定的特殊性, 分析过程通常分为试样分解、分离-富集和测定三个环节 [12-14], 其主要技术难点在于取样的代表

性, 根据矿种的不同, 取样量通常 ≥ 20.0 g。在取样量较大的情况下, 如何将试样分解彻底、分离-富集完全, 并将制备液中金浓度有效控制在合理的线性范围内是应用 FAAS 法测定高品位金矿石中的金亟待解决的问题。

本文先将 20.0 ~ 100.0 g 取样量分成若干小样量进行焙烧、分解, 样品完全分解后分离滤渣, 所得若干份滤液汇集同一容量瓶内, 再分取适量体积进行泡沫塑料分离-富集, 将富集金的泡沫塑料灰化后直接用王水复溶, FAAS 测定。这种前处理方法有效地解决了金分析测试中的多种难题, 并使 FAAS 法应用于高品位金矿石中金含量的测定成为可能, 同时减少了分析过程中产生的环境污染问题。

1 实验部分

1.1 仪器及工作条件

WFX-120B 型原子吸收分光光度计 (北京北分瑞利分析仪器公司), 采用氘灯、自吸效应双重背景校正, 仪器工作参数见表 1。

1.2 标准溶液和主要试剂

金标准溶液: 配制 $\rho(\text{Au}) = 10 \mu\text{g/mL}$ 的金标准溶液。

收稿日期: 2012-09-17; 接受日期: 2012-10-20

作者简介: 付文慧, 工程师, 从事岩石矿物化学分析测试工作。E-mail: sungirl2759@yahoo.com.cn。

表1 仪器工作参数

Table 1 Working parameters of instrument

工作参数	设定值	工作参数	设定值
波长	242.8 nm	燃气流量	45 L/h
灯电流	5 mA	积分方式	Repeated mean
狭缝宽度	0.4 nm	积分时间	3 s
燃烧器高度	6 mm	延迟时间	10 s

250 g/L 氯化铁溶液:称取 250 g 水合氯化铁 ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 于 400 mL 烧杯中,加入 200 mL 浓硝酸,用水稀释至 1000 mL。

50% 王水:100 mL 水中加入 75 mL 盐酸和 25 mL 硝酸,充分混匀,现用现配。

1.3 泡沫塑料处理

将泡沫塑料制成 2.0 cm × 2.0 cm × 2.0 cm 正方体小块,置于蒸馏水中用力挤压赶尽气泡,使泡沫塑料充分浸于蒸馏水中,并煮沸至少 2 h,放置过夜备用。

1.4 实验方法

称取 20.0 g 试样置于瓷方舟中,放入高温炉,微开炉门,由低温并于 650 ~ 700℃ 焙烧试样,保温 1.5 h。冷却后将试样扫入 250 mL 三角瓶,用少量水润湿,加 50% 王水 80 mL,在低温电热板上煮沸 1 h 后取下,趁热滴入 10 滴 10 g/L 聚环氧乙烷,摇匀,待试样冷却后用快速定性过滤,滤液用 500 mL 容量瓶承接(可根据样品含量选择不同规格的容量瓶),并用 5% 王水洗涤三角瓶及残渣多次,直至残渣中的黄色全部退去。将滤液用水定容至刻度,分取 5 mL(可根据样品含量选择分取体积)清液于 250 mL 三角瓶,加入 2 mL 250 g/L 氯化铁溶液、40 mL 50% 王水,再加水至 150 mL,投入处理后的泡沫塑料 1 ~ 2 块(可根据样品含量选择加入泡沫量),塞上橡胶塞,于振荡器上室温振荡 50 min。取出泡沫塑料用水洗净残渣和酸,放入 100 mL 瓷坩埚中,在低温电热板上蒸干水分后,放入高温炉内灰化,并在 650 ~ 700℃ 保温 0.5 h(保证泡沫塑料灰化完全)。取出冷却,加入 3 滴饱和 KCl 溶液使残渣润湿,加入 10 mL 王水,置于水浴上蒸发至湿盐状,用 10 mL 王水浸提,冷却后定容至 50 mL 容量瓶。与标准曲线溶液一同用原子吸收光谱仪进行测定。

1.5 标准曲线

分别分取 0.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL 的 10 μg/mL 金标准溶液于 250 mL 三角瓶中,加入 2 mL 250 g/L 氯化铁溶液、40 mL 50% 的王水,

再加水至 150 mL,投入处理后的泡沫塑料 1 ~ 2 块,塞上橡胶塞,于振荡器上室温振荡 50 min,后续操作与样品一同进行。

2 结果与讨论

2.1 方法检出限

平行测定 12 份空白实验溶液, Au 的测试结果分别为 0.08、0.02、0.12、0.05、0.03、0.08、0.10、0.06、0.06、0.12、0.08、0.03 μg/g, 标准偏差为 0.034 μg/g, 按 3 倍标准偏差计算方法检出限为 0.101 μg/g。

2.2 方法准确度

采用国家一级金矿石标准物质 GBW 07298、GBW 07810、GBW 07299、GBW 07801、GBW 07802 和 GBW 07803 进行准确度试验,测定结果见表 2,测量值与标准值的相对误差小于 2%,符合 DZ/T 0130.3—2006 中结果相对误差 Y_B 要求。

表2 准确度试验

Table 2 Accuracy tests of the method

标准物质 编号	$w(\text{Au})/(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$		相对误差 RE/%
	标准值(不确定度)	测量值	
GBW 07298	32.3(1.4)	32.6	0.93
GBW 07810	92.0(2.0)	92.5	0.54
GBW 07299	53.0(2.4)	52.8	0.38
GBW 07801	57.2(0.9)	57.8	1.05
GBW 07802	37.3(0.9)	37.0	0.80

2.3 方法精密度

将国家一级金矿石标准物质 GBW 07810 和黑龙江省某岩金矿石样品 Au-1 分别进行 11 次测定,计算方法精密度(RSD),结果见表 3,其计算结果优于 FAAS 本身精密度。

表3 精密度试验

Table 3 Precision tests of the method

样品编号	$w(\text{Au})/(\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$				RSD/%
	分次测定值			测定平均值	
GBW 07810	93.5	92.3	92.7	91.8	0.73
	92.8	91.3	92.8	91.5	
	92.5	92.3	93.1	92.4	
Au-1	556	531	550	547	1.72
	557	550	538	545	
	537	540	561	547	

2.4 方法对比试验

将黑龙江省某岩金矿石样品 Au-1 采用本方

法进行测定后,样品副样由国内四家测试单位分别采用氰醮容量法和火试金重量法进行分析比对,表4结果表明,本法与多家实验室采用不同方法得出的测试结果,误差均在允许范围内。

表4 分析方法对比试验

Table 4 Comparison of analytical results of Au in sample with different methods

测定方法	$w(\text{Au})/(\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1})$						标准 偏差	RSD/%
	分次测定值			平均值				
本法	550	550	540	538	556	547	7.56	1.38
武警黄金地质研究所 测试中心(氰醮容量法)	565	561	559	569	552	561	6.42	1.14
沈阳地质矿产研究所 测试中心(氰醮容量法)	544	546	544	537	540	542	3.25	0.01
北京矿冶研究总院 (火试金重量法)	544	543	546	552	549	547	3.70	0.68
国家黄金管理局黄金 测试中心(火试金重量法)	555	557	557	554	556	556	1.30	0.23

3 结语

本文实现了FAAS法对高品位金矿石中金含量的测定,使高品位金矿石样品的分析检测更加简单、易于操作,拓宽了金矿石分析中取样代表性,将FAAS法测定金的取样量20.0 g扩展至20.0~100.0 g,甚至针对50.0~550.0 $\mu\text{g}/\text{g}$ 中高含量段的金结果同样可靠。在操作过程中,分取适量体积溶液,不仅降低了待测元素的浓度,与其共存的干扰元素浓度也随之减少,再分离-富集时,既有利于提高泡沫塑料对金的吸附率,又达到了将共存元素有效分离的目的,消除了因干扰元素过多而对测定产生的影响。另外,将富集金的泡沫塑料灰化后直接用王水复溶,较通过硫脲解脱金的方法相比,减少了解脱环节带来的影响。但就分析流程而言,样品处

理过程较为冗长。考虑共存干扰,能否将定容后的溶液直接分取进行测定;应用FAAS法测定高品位金矿石中金可发挥的最大有效限度怎样,诸多问题仍有待进一步深入研究。

4 参考文献

- [1] 彭明军, 邹文青. 载炭泡塑分离富集-火焰原子吸收法测定金[J]. 岩矿测试, 1994, 13(1): 59-61.
- [2] 曾念华. 火焰原子吸收光谱法快速测定金[J]. 理化检验: 化学分册, 2003, 39(6): 347-348.
- [3] 何小辉, 白金峰, 陈卫明, 张勤. 流动注射-火焰原子吸收光谱法测定地质样品中的常量金[J]. 岩矿测试, 2011, 30(1): 79-82.
- [4] GB/T 7739.1—2007, 金精矿化学分析; 火试金法测定金量和银量[S].
- [5] 王世辉, 叶雪均, 胡敏. 火试金法测定精练金的金含量[J]. 冶金分析, 2008, 28(1): 71-73.
- [6] 戴庆平, 顾庆超, 楼书聪. 矿物岩石分析[M]. 南京: 江苏科学技术出版社, 1979: 191-193.
- [7] 刘涛, 李念占, 张汝生. 封闭溶样氢醮容量法测定焙烧矿样中的金[J]. 黄金, 2007, 28(11): 49-50.
- [8] 班俊生, 郑晓钟, 任金鑫. 磷酸三丁酯醋酸纤维富集氢醮滴定法测定氰化液中的金[J]. 黄金, 2008, 29(6): 59-60.
- [9] Robinson J W. Atomic absorption spectroscopy [J]. *Analytical Chemistry*, 1960, 32(8): 17A-29A.
- [10] 邓勃. 原子吸收分光光度法[M]. 北京: 清华大学出版社, 1981: 248-268.
- [11] 吕春燕. 原子吸收法在造船材料分析中的应用[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工程大学, 2007.
- [12] 北京矿冶研究总院分析室. 矿石及有色金属分析手册[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1990: 208.
- [13] 薛光. 金的分析化学[M]. 北京: 宇航出版社, 1990: 234-236.
- [14] 王自森, 符斌. 现代金银分析[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2006: 266-269.

Determination of Au in High Grade Gold Deposits by Flame Atomic Absorption Spectrometry

FU Wen-hui¹, AI Zhao-chun², GE Yan-mei¹, LI Ya¹

(1. Heilongjiang Province Geology Ore Test and Application Institute, Harbin 150036, China;

2. The 2311 Secondary Metrology Station of Science, Technology and Industry for National Defense, Harbin 150046, China)

Abstract: The conventional fire assay method to determine high grade gold has a long chemical procedure with many factors influencing the analysis result. Moreover, the ash blowing process for the Pb button volatilizes a large amount of Pb, causing serious pollution to the environment. In this paper, a method is described whereby the 20.0 – 100.0 g sample was split into small amounts and calcinated. The products of calcination were dissolved by 50% aqua regia and the residues were filtered. All the clean filtrates were loaded into a volumetric flask. An appropriate volume of solution was selected to extract Au with foam enrichment. After ashing the Au bearing foams, the Au was dissolved again by concentrated aqua regia. Then, the Au was measured by Flame Atomic Absorption Spectrometry (FAAS). The detection limit was 0.101 $\mu\text{g/g}$. Through verifications for a few national first grade standard materials and the analysis samples, the accuracy and precision met the relevant requirements. The sampling weight was from 20.0 g to 100.0 g which effectively improved the sample representativeness and extended the analysis content range for Au by FAAS. This method is also suitable for samples with Au contents from 50.0 $\mu\text{g/g}$ to 550.0 $\mu\text{g/g}$.

Key words: high grade of gold deposit; Au; Flame Atomic Absorption Spectrometry