

金的野外现场快速分析^①

骆宏玉

(南京地质矿产研究所, 江苏南京 210016)

摘要 利用甲基异丁基酮的易挥发性, 从富集了金的磷酸三丁酯—甲基异丁基酮组合萃取剂中自然挥发除去甲基异丁基酮后, 使金高度富集在不易挥发的磷酸三丁脂少量有机相中。加入硫代米蚩酮显色剂, 可以野外现场目视比色测定金。方法的精密度($RSD_{n=10} < 9\%$)。

关键词 金, 野外现场, 有机相自然挥发, 比色分析

中图分类号 P618.5 **文献标识码** A

近年来, 随着国家对金矿资源勘查力度的加大, 全国各地相继发现了许多含金的异常点(区)。在对这些异常点(区)进行异常查证及异常源追踪的工作中, 野外现场分析技术的运用就显得尤为必要。其意义不仅在于可加快勘查工作的步伐, 而且对现场工作中认识上存在的问题可提供一定的参考和帮助。但到目前为止, 有关这方面的研究报道尚不多见。

利用某些有机萃取剂在常温下极易挥发, 而另一些很少挥发或不易挥发的特性, 筛选出二种具有良好萃取性能, 萃取介质条件相似的萃取剂, 组成萃取组合, 对金进行萃取分离富集。富集了金的有机相使其自然挥发, 挥发掉占绝大多数的易挥发组分后, 金便高度富集在少量不易挥发的组分中。加入适量显色剂, 使有机相显出金的有色络合物颜色。通过与标准显色系列的比较, 从而实现金的野外现场快速分析。

1 实验部分

1.1 主要试剂及器皿

组合萃取剂: $\varphi = 7.5\%$ 的磷酸三丁酯(TBP)的甲基异丁基酮(MIBK)溶液

掩蔽剂缓冲溶液: 20 g 磷酸二氢钾、2 g 尿素、2 g 乙二胺四乙酸二钠盐、3 g 柠檬酸溶于100 mL 水中, 以氨水调节溶液的 $pH = 3 \sim 4$ 。

有机相清洗剂: 100 g 磷酸二氢钾、20 g 尿素用水溶解, 加入 60 mL 盐酸后, 用水稀释至1000 mL, 溶液的 $pH \approx 1$, 以组合萃取剂饱和之。

TMK 显色剂: $\varphi = 0.1$ g/L。称取 0.01 g 硫代米蚩酮(TMK)、0.5 g 三水乙酸钠, 加入 15 mL 冰乙酸、85 mL 无水乙醇溶解, 转入棕色瓶中保存。

① 收稿日期 2002-12-21

万方数据

作者簡介: 骆宏玉(1962~), 男, 黑龙江省呼兰县人, 工程师, 主要从事分析化学研究及测试。

表面活性剂 $\rho = 10 \text{ g/L}$ 的十二烷基苯磺酸钠溶液。

聚碳酸酯溶矿瓶(150 mL)、分液漏斗(60 mL)、200~1000 μL 可调微量移液器。

1.2 标准色阶

1.2.1 萃取标准色阶

分取 $\rho(\text{Au}) = 0.10 \mu\text{g/mL}$ 、 $\rho(\text{Au}) = 1.00 \mu\text{g/mL}$ 及 $\rho(\text{Au}) = 10.00 \mu\text{g/mL}$ 的标准溶液配制萃取标准色阶: 0.00、0.10、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.50、7.50、8.50 及 10.00 $\mu\text{g Au}$, 以 $\varphi = 20\%$ 王水补足体积 25 mL, 以下操作同分析手续。

1.2.2 显色标准色阶

分取萃取标准色阶五分之一的有机相形成显色标准色阶: 0.00、0.04、0.20、0.40、0.80、1.20、1.60、2.00、2.60、3.00、3.40、4.00 $\mu\text{g Au}$ 。

1.3 分析手续

称取样品 10 g (含碳、硫较高的样品预先于 600℃ 灼烧 1~2 小时) 于聚碳酸酯溶矿瓶中, 加入 $\varphi = 50\%$ 的王水 50 mL, 待激烈反应停止后, 旋上盖子, 冷浸取 8~10 小时或沸水浴 1 小时, 加入 $\rho = 20 \text{ g/L}$ 的聚乙二醇 10000 溶液 5 mL, 加水至体积 100 mL, 摇匀。不溶性残渣下沉后干过滤, 分取滤液 25 mL 于 60 mL 的分液漏斗中, 准确加入组合萃取剂 5 mL, 摇动萃取约 1 分钟, 静止分层后放出水相, 加入有机相清洗剂 10 mL, 再摇动萃取约 1 分钟, 静止分层后弃去水相, 加入 0.1 mol/L 盐酸溶液 10 mL, 摇动洗涤有机相后使其静止分层。用微量移液器准确移取有机相 2 mL 于 15 mL 瓷坩埚中, 将其置于室外通风处, 使其自然挥发。待甲基异丁基酮组分挥发完成后, 向坩埚中加入含掩蔽剂缓冲溶液 100~200 μL , 转动坩埚使其掩蔽络合完全, 加入 TMK 显色剂 100 μL , 2 滴表面活性剂溶液, 转动坩埚使微小有机相聚集并显色。与同时进行的显色标准色阶对照比色。

2 结果与讨论

2.1 组合萃取剂的选择

磷酸三丁酯 (TBP)^[1] 作为金的萃取剂, 其特点是常温下不易挥发, 化学性质稳定, 萃取金的速度快, 而且可在较稀的王水介质中进行。选择其作为组合萃取剂的不易挥发组分, 是较为合适的。乙醚、甲基异丁基酮、乙酸乙酯以及乙酸丁酯常温下都具有挥发性^[2], 都存在着作为组合萃取剂中易挥发组分的可能性。对上述四种试剂在常温下进行的挥发性试验, 表明乙醚的易挥发性最好, 余下三种的易挥发性依次为乙酸乙酯、甲基异丁基酮及乙酸丁酯。如果仅从易挥发性方面考虑, 乙醚和乙酸丁酯可能是较满意的选择。但综合考虑萃取金时的介质条件、酸度、萃取速度、萃取容量等方面的因素, 最后选择了甲基异丁基酮^[1,3]。

2.2 组合萃取剂组成比例的选择

以参加萃取的组合萃取剂量 5 mL 为母体, 配制不易挥发组分占不同比例的一系列萃取剂组合, 各分取 2 mL 进行挥发后的比较。结果发现磷酸三丁酯在萃取组合中含量较高时, 挥发后留下的磷酸三丁酯相体积较大。一方面不利于形成微小的比色相, 另一方面更达不到使金进一步富集提高方法检出限的目的。但磷酸三丁酯在萃取组合中的比例也不宜过小, 应充分兼顾到磷酸三丁酯的饱和萃取容量。实验最终选择磷酸三丁酯含量在 7.5% 的水平上, 这样可使最终参与比色的萃取有机相体积在 1~2 mL 时都可进行。

2.3 有机相的挥发试验

选择一组金含量由低至高的溶液,以组合萃取剂萃取后进行挥发试验,结果表明随着金含量的增高易挥发有机相的挥发速度变慢,挥发完全的时间延长。但这一变化对不易挥发的有机相不构成影响,也就是说尽管易挥发有机相挥发完全的时间随着金量增高延长了,但最后余留的不易有机挥发相的大小仍是一致的,不会给测定结果带来影响。

2.4 干扰的消除

硫代米蚩酮显色测定金时的干扰情况前人已作了充分的研究工作^[4 5 6 7]。本文试验中充分吸取了前人的成功经验,同时根据方法特点进行了适当的补充,以便最大限度地消除可能存在的干扰。

2.5 方法的精密度和准确度试验

用本方法对新疆地矿局实验室的两个二级标样进行了 10 次测试,实验结果见表 1。

表 1 方法精密度和准确度

Table 1 The results of the experiment

样品号	原定值	单 次 测 定 结 果										平均值	变动系数
No.		$\omega(\text{Au}) / 10^{-6}$										\bar{X}	RSD%
Au(Ⅲ)	1.32	1.2	1.3	1.3	1.4	1.2	1.3	1.2	1.1	1.3	1.2	1.2	8.33
Au(Ⅱ)	7.22	6.8	7.2	7.0	6.4	6.8	6.4	7.2	7.6	7.0	7.4	7.0	5.63

参考文献

- [1] 蔡树型,黄超编著.贵金属分析[M].北京:冶金工业出版社,1984
- [2] 秦启宗,毛家骏,金忠翎,等.化学分离法[M].北京:原子能出版社,1984
- [3] 薛光.硫代米蚩酮在金及其伴生元素分析中的应用[J].黄金,1993,14(14):57-61
- [4] 岩石矿物分析编写组.岩石矿物分析(第三版)第一分册[M].北京:地质出版社,1991
- [5] 张帆,潘庆洪,樊祺泉,等.贵金属分析中的新有机试剂[M].福州:福建科学技术出版社,1985
- [6] [澳]D.D.培林著,邓新鉴译.化学反应的隐蔽和隐蔽理论和实际应用[M].北京:科学出版社,1976
- [7] 1980年全国岩矿分析经验交流会论文集[M].北京:地质出版社,1982

The gold colorimetric analysis in the fieldwork

LUO Hong - yu

(Nanjing Institute of Geology and Mineral Resources, Nanjing 210016, China)

Abstract

The gold is riched in TBP by the volatile of MIBK from the mixed extraction solvent of TBP and MIBK. The gold is determined by colorimetric analysis in the fieldwork by putting in TMK developing dye. Its precision (RSD, $n = 10$) is $< 9\%$. The data of analysis are consistent with original data of standard samples.

Key words: gold; fieldwork; volatile; colorimetric analysis