

黄原酯棉富集-液珠萃取 比色法测定地质样品中的金

薛 光

中国人民武装部队黄金第十支队, 烟台, 264001

黄原酯棉 (CCX) 是金的良好吸附体^[1], 本文将吸附了金的 CCX 用灰化法解脱。操作简单快速、成本低, 灰化时无臭味、残渣少。浸取液用三正辛胺-TBP(1:3) 混合萃取-金试剂液珠比色法测定 Au, 其液珠凝聚好, 灵敏度高, 选择性和稳定性都比单用 TBP 有所提高。方法的测定范围 0.0005-xx g/t、配备金的野外快速分析箱, 可作现场分析。

实验部分

一、主要试剂和设备

Au 标准溶液 1 μ g/ml, 0.1 μ g/ml (10% 王水介质), 10 μ g/ml (1mol/L HCl 介质)。

混合显色剂 0.01%, 称取 0.01g 金试剂 (4,4'-双(二乙氨基)二苯甲硫酮), 用 5ml 丙酮溶解后, 加入 7.5ml 三正辛胺, 22.5ml 磷酸三丁酯 (TBP), 用无水乙醇移

至100ml棕色容量瓶中,用乙醇定容。

缓冲溶液 pH 3.3,于700ml HAc 中加入150g结晶NaAc,用水稀至1000ml。

混合掩蔽剂 称取1g EDTA,1g NaF,用水溶解并稀至100ml。

Fe溶液 1mg Fe^{3+} /ml(HCl介质)。

乳化剂-OP 0.05%水溶液。

黄原酯棉的制备按文献^[1]进行。

聚乙烯封闭溶样瓶,封闭式水浴溶样器(烟台海军航空工程学院工厂)。

72型分光光度计。

二、黄原酯棉吸附Au

实验表明,黄原酯棉吸附Au的最佳酸度为2.5-10%王水(煮沸过的)。如采用未煮沸过的王水进行吸附,吸附率仅为80%左右。这是由于新配王水具有强氧化性,破坏CCX造成的。对于10 μg Au,采用0.1g黄原酯棉,在100ml溶液中振荡30min,吸附率大于97%。

文献^[1]采用HCl-HNO₃和HCl解脱Au。如利用液珠萃取比色法进行测定,操作不便,为此我们试验了灰化法解脱Au。实验表明,该法不但解脱完全,灰化迅速,且残渣少,无臭气,很适宜用液珠萃取比色法测定,标准回收情况见表1。

表1 标准回收试验

Au 加入量(μg)	2.5	5.0	7.5	10.0
标准溶液测定值(A)	0.067	0.160	0.225	0.310
CCX 富集后测定(A)	0.065	0.155	0.220	0.305
回收率(%)	97	97	98	98.4

三、液珠萃取比色测定

三正辛胺是Au良好的萃取剂。根据协同萃取的原理,我们在文献^[2]的基础上,采用TBP和三正辛胺(1:3)混合萃取剂进行液珠比色测定。实验表明,其灵敏度和稳定性均有所提高,对于0-2.5ng Au之间的

色阶也可分辨。其液珠放置3h色度基本不变,液珠也不散开。如避光保存放置50h,液珠色阶仍明显可见。

TBP+三正辛胺萃取Au的能力极强,对于1000ng Au,2滴0.01%混合显色剂可萃取完全,此时水相无色。

试验还表明,当液珠形成后加入1滴0.1%乳化剂-OP,不但可提高液珠颜色的灵敏度且使液珠凝聚更好。

四、方法的选择性

试验了24种离子对CCX富集分离-液珠萃取比色测定的影响。试验表明,25mg Fe、Zn、Pb; 20mg Al、Ca、Mg; 10mg Ni、Mo、Zr、Mn、Bi、W、La、Ce、Cr、As; 8mg Ti、V、Sb; 1mg Tl经分离对测定无影响, PO_4^{3-} , SO_4^{2-} , F^- 不干扰测定。0.8mg Ag在100ml试样溶液中不形成沉淀,在王水介质中不被CCX吸附。与泡塑吸附富集分离Au相比,CCX富集分离Au其有良好的选择性。

五、标准回收和方法的精密度

采用一级参考标样GAu-4(含Au 36ppb)按拟定方法进行测定,标准回收在98%以上,标准偏差为5.07,变动系数为17.70% ($n=10$)。

六、样品分析

称取20g样品于封闭溶样瓶中(如含硫先用浓HNO₃处理,如含碳应在600℃高温炉中灼烧1h)加王水(1:1)40ml, HF 0.5ml,加盖拧紧,摇匀,置于封闭式水浴溶样器中加热20min。取出冷却,启盖加水至200ml,放置澄清后,移取100ml上层清液于三角瓶中,投入约0.1g CCX轻度振荡30min。倒出CCX于自制的沙网上,用自来水冲洗数次,再用蒸馏水冲洗二次,挤干后用定性滤纸包好,放入20ml瓷坩埚中于电炉上烘干灰化后,再于高温炉(600℃)灼烧2min。取出冷却后,加2滴10% KCl, 1

滴Fe(1mg/ml)溶液,6滴HCl和2滴HNO₃摇匀,于水浴上蒸干。加2滴HCl再次蒸干,取下,然后加入1滴10%KCl,2滴缓冲溶液,2滴混合掩蔽剂,摇匀。再加入2滴0.01%混合显色剂,3滴水,1滴乳化剂-OP,液珠析出,与标准系列色阶进行比色测定。

标准系列色阶的配制

吸取标准Au 0, 5, 10, 30, 50, 100 ng (以上用0.1 μ g/ml溶液) 200, 400, 600, 800, 1000ng (以上用1 μ g/ml溶液) 2000, 3000, 4000, 5000ng(以上用10 μ /ml溶液)于20ml瓷坩埚中,以下按样品分析程序操作。对于0—100ng Au系列,加混合显色剂2滴,对于200—1000ng Au加混合显色剂3滴,对于1000—5000ng Au系列,加混合显色剂5滴。

标准系列色阶可用照相制版的方法制成标准色阶图,贴在分析箱盖上,以供比色

用。

样品分析结果见表3,与无火焰原子吸收结果对照,符合分析质量要求。

表 2 样品分析结果 (Au, ppb)

样品号	无火焰原子吸收法	本 法	误 差
88001	9.8	8	-1.8
2	57	50	-7.0
3	103	100	-3.0
860160	1.7	2.0	+0.3
165	0.9	1.0	+0.1
883032	580	600	+20
883092	600	680	+80
GAu-4	36 ^①	35	-1.0

① 标样推荐值

参 考 文 献

〔1〕 盛建豪等,《岩矿测试》,7(1),35,1988。

〔2〕 薛光,《分析试验室》,8(6),17,1989。

(收稿日期:1990年元月12日)