

410呋啉树脂富集分离火焰 原子吸收法测定岩矿中金

李 功 顺

核工业部西北地勘局二〇三研究所

摘要 本文采用410呋啉树脂富集分离金。以2.5—30%的王水或0.5—4mol/L盐酸介质为上柱液,近沸的0.3%硫脲溶液为解吸液最后以原子吸收进行测定。方法快速、简便,用于岩矿中金的测定结果满意。

目前,金的富集分离方法较多,如巯基棉^[1,2]、聚氨酯泡沫塑料^[3,4]、阴离子交换树脂^[5,6]、萃淋树脂^[7,8,9]、活性炭^[10,11]等。其中,离子交换树脂具有不流失、易再生、可反复使用的明显优点。但由于吸附于阴离子交换树脂上的金不易被完全洗脱^[12,13],或者洗脱体积较大^[6],所以,在实际生产过程中一般都采取了灼烧树脂的办法来处理,这样不仅使分析成本增大,而且还大大降低了分析速度。

本文研究了410*呋啉树脂富集分离金的条件,拟定了以盐酸或王水介质上柱,0.3%硫脲溶液解吸,用原子吸收测定金的方法。此法快速、简便,适合于测定岩矿中0.5克/吨以上的金。

实验部分

一、仪器及主要试剂

国产WFD-Y2原子吸收分光光度计(以划笔记录仪记录信号)。

410*呋啉树脂 (60~80目,北京五所产品)。

交换柱 ($\phi 8 \times 100\text{mm}$,毛细管出口内径2mm)将树脂用6mol/L盐酸浸泡24h,以蒸馏水洗至中性,湿法装柱,柱底部及上部塞以少量玻璃棉,调整流速 $\leq 2.5\text{ml/min}$,使用前用1mol/L盐酸平衡。

金标准溶液 100.0 $\mu\text{g Au/ml}$; 5.0 $\mu\text{g Au/ml}$ (1mol/L盐酸介质),常法配制。

二、实验方法

取一定量金标准溶液,处理成2.5~30%王水或0.5~4mol/L盐酸介质,转入预先以1mol/L盐酸平衡的交换柱中,用30ml 1mol/L盐酸淋洗,淋洗液弃去,然后以30ml近沸的0.3%硫脲溶液解吸金,用原子吸收法测定。

结果及讨论

一、树脂性质的定性鉴定

按文献^[14]介绍的方法对410*呋啉树脂进行了定性鉴定。结果证明,该树脂具有强碱性阴离子交换树脂的性能。

二、上柱介质条件试验

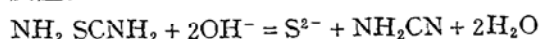
试验结果表明,上柱介质为0.5~4mol/L盐酸或2.5~30%王水时,至少250 $\mu\text{g Au}$ 可被定量吸附。当柱流速大于3ml/min时,金不能定量吸附。从实用考虑,低于2.5%或高于30%王水及高于4mol/L盐酸的上柱介质未试验。

三、金的解吸

1. 金的解吸溶液选择

取15 μg 或250 $\mu\text{g Au}$,以1mol/L盐酸介质吸附上柱后,分别以3%硫氰酸铵、5%硫代硫酸铵—1%亚硫酸钠、1%三乙

胺六乙酸、50% 二甲基甲酰胺、0.3~12% 硫脲溶液、3% 硫脲-0.4% 盐酸羟胺、3% 硫脲-4% 氨水、3% 硫脲-0.5% 氨水等溶液解吸金。试验结果表明, 由于硫氰酸铵、硫代硫酸铵与金形成稳定的络阴离子, 而具有强碱性阴离子交换树脂性能的410*哌啶树脂正是强烈吸附这些络阴离子的。所以, 硫氰酸铵、硫代硫酸铵对该树脂吸附的金无解吸能力。三乙胺六乙酸、二甲基甲酰胺等溶液对金也没有解吸能力。3% 硫脲-0.4% 盐酸羟胺溶液使金的解吸曲线严重拖尾。3% 硫脲-4% 氨水或3% 硫脲-0.5% 氨水溶液由于是碱性介质, 致使硫脲发生下列反应:



产生的 S^{2-} 与 $[\text{AuCl}_4]^-$ 反应可生成 Au_2S 沉淀, 或使解吸液混浊, 或滞留于柱上, 使金的测定结果严重偏低, 金含量高时, 可使树脂呈黑棕色, 如不把树脂经王水、盐酸处理, 将严重影响下次测定。

相比之下, 硫脲溶液对树脂吸附的金具有良好的解吸性能。

2. 硫脲溶液解吸金的条件选择

试验了硫脲溶液对金的解吸条件, 解吸曲线见图1~4。

从图1、2可看出, 随着上柱金量的增大硫脲溶液的解吸体积将随着增加。

图2、4对照表明, 近沸的硫脲溶液可

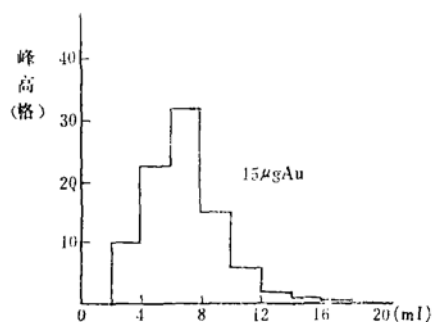


图1 3%硫脲(室温)解吸曲线

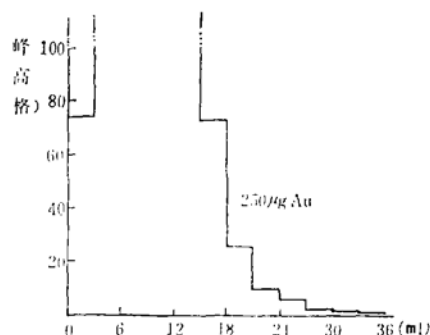


图2 3%硫脲(室温)解吸曲线

明显改善解吸曲线的拖尾现象, 解吸体积可从36ml降至24ml。

从图3和4可看出, 硫脲浓度从3%降至0.3%, 解吸时所耗硫脲溶液体积无甚明显变化。另外, 试验结果还表明, 0.3%、3%、6%、12%硫脲溶液解吸250 μg Au的曲线形状基本相同。硫脲溶液的酸度增大,

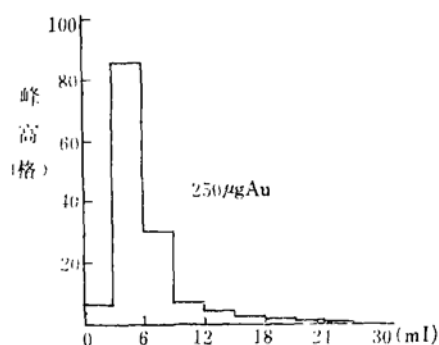


图3 0.3%硫脲(近沸)解吸曲线

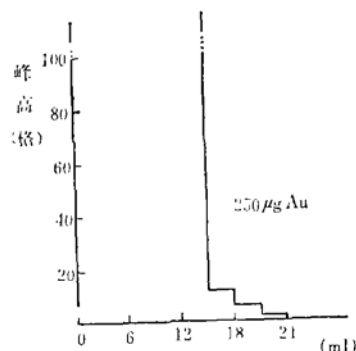


图4 3%硫脲(近沸)解吸曲线

注: 图3中测定金时选取的仪器放大倍率比图2、图4的小。

不利于金的解吸,造成拖尾。综上所述,选用近沸的 0.3% 硫脲溶液为金的解吸液。

由于硫脲在酸性介质中、在氧化剂作用下可以氧化为二硫甲脒 $(\text{SCN}_2\text{H}_3)_2$ 、 S^{2-} 、 S 、 SO_4^{2-} 、 HSO_4^- , 所以,如金以王水介质上柱,在用硫脲解吸之前,须用 0.5~4mol/L 盐酸将柱内残留的王水洗涤除去。否则,解吸液会混浊并使柱内产生大量气泡,影响测定结果。

四、金的回收试验

按实验方法分别取金 5.0, 15.0, 30.0, 40.0, 60.0, 250 μg 上柱,洗脱测定。回收率在 98—100.7%。

五、金与其它元素的重量分配系数 kd

为考察 410 μm 树脂对金与一些常见元素的分离效能,在 1mol/L 盐酸介质中,以平衡法(静态法)测定了它们各自的重量分配系数 kd,测定结果列于表 1。

表 1 金同一些元素的分配系数(kd)

元 素	kd	元 素	kd
Au(III)	6559	u(VI)	0.3
Ca(II)	0.0	Th(IV)	0.0
Al(III)	0.0	Zr(IV)	0.0
Ti(IV)	7.0	Fe(III)	1.0
La(III)	0.0	Cu(II)	0.0
Ce(IV)	1.2		

从表 1 所列数据可看出,用 1mol/L 盐酸作为淋洗液,可以将金与表中所列的其它元素有效地分离。

矿样分析

称取 10.00 克矿样于瓷舟中,在马弗炉内从低温升至 650 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 2 小时,然后将矿样移入 250 ml 烧杯中,以少量水润湿,加入 30ml 盐酸和 10ml 硝酸,盖表面皿,置低温电炉上反应 1 小时后,再升高温度蒸至王水体积 5~10ml,取下,水稀释至约 45ml,

趁热加入 0.1% 聚环氧乙烷溶液 1ml 搅匀,静置数分钟,中速滤纸过滤于预先用 1mol/L 盐酸平衡的交换柱内,用 1mol/L 盐酸溶液(约 40 ml)分别洗涤烧杯、沉淀及柱子至无铁的黄色,然后用 30.0 ml 近沸的 0.3% 硫脲溶液分 6 次解吸金,原子吸收法测定,以金标准点对照,计算结果。矿样分析结果见表 2。

表 2 矿样分析结果 (Au g/T)

样号	原结果	本法结果	样号	原结果	本法结果
Au G 1	1.13	1.27 1.06 1.24 1.22 1.08	1177	7.02	7.52 6.78
Au G 2	5.33	5.60 5.13 5.47 5.28 5.00	1917	2.20	2.57
Au G-3	24.80	23.08 25.31 24.61 23.37 23.56	1925	3.00	3.38
1172	4.60	4.62 4.66	1933	3.60	3.78
1174	0.98	1.16	1934	1.26	1.20

参考文献

- [1] 张大立等,《分析实验室》,6 (3), 1987。
- [2] 俞穆清等,《环境科学》,7 (3), 71, 1986。
- [3] 罗德桑等,《分析化学》,8 (1), 77, 1980。
- [4] 李承元,《理化检验》(化), 22 (6), 352, 1986。
- [5] 岩石矿物分析编写小组,《岩石矿物分析》, 625 页,地质出版社,1974 年。
- [6] J.B.Mchugh, Talanta, 33(4), 349, 1986。
- [7] 刘六战,《分析化学》,12 (5), 371, 1984。
- [8] 周溯源等,《冶金分析与测试》,4 (4), 12, 1984。
- [9] 祁洪超等,《理化检验》(化), 21 (2), 112, 1985。
- [10] 河南省地矿局实验室,《河南地质实验》

1983年11月。

〔11〕 丁耀伟,《地质实验室》,2(3),229,1986。

〔12〕 储亮侔编著,《离子交换色谱在岩矿分析中的应用》,96页,地质出版社,1983年。

〔13〕 毛家骏,祝大昌等编译,《无机痕量分析

中的分离和预浓集方法》,536页,复旦大学出版社,1985年6月。

〔14〕 武汉大学分析化学教研室编,《化学分析》(下),285页,人民教育出版社,1977年。

〈收稿日期:1987年11月30日〉

Determination of Gold in Rocks and Ores by AAS after Preconcentration and Separation with 410 Piperidine Resin

LI Gongshun

The behaviour of gold in preconcentration and separation with 410 piperidine resin was studied. A new method for the determination of gold in rocks and ores was proposed. Gold was preconcentrated and separated in 0.5 to 4 mol/L hydrochloric acid and eluted quantitatively from the resin with 0.3% thiourea solution. Then gold was determined directly by atomic absorption spectrophotometry. The method is simple and rapid and is applicable to the determination of samples with gold content greater than 0.5g/T in rocks and ores.