

泡沫塑料分离富集原子吸收法测定 氰化液中金和银

邵文军 张明仁^①

地矿部沈阳综合岩矿测试中心 110032

摘要 研究了装有聚醚型泡沫塑料和三苯基膦负载聚醚型泡沫塑料的吸附柱对 Au, Ag 的分离富集的条件,并应用于氰化液、解吸液和电解液中 Au 和 Ag 测定中的预富集, Au 和 Ag 的回收率均>98%。对含 Au 量为0.91 μ g/ml,含 Ag 量0.36 μ g/ml的试样,经过10次测定,其相对标准偏差分别为1.22%和2.31%。

关键词 聚醚型泡沫塑料 三苯基膦 吸附柱 金 银 原子吸收分光光度法

堆浸 Au 的氰化液、解吸液及电解液中 Au 的测定大多采用活性炭吸附富集-氢醌容量法或光度法测定,有关 Ag 的测定报道较少,文献^[1]介绍了用树脂吸附富集氰化液中 Au 和 Ag。本文在前人^[2]工作的基础上,将聚醚型泡沫塑料和三苯基膦负载泡沫塑料装在同一吸附柱中完成了对 Au, Ag 的吸附富集。建立了泡沫塑料吸附分离-硫脲解脱-(火焰或石墨炉)原子吸收法测定堆浸金过程中的氰化液、解吸液及电解液中 Au 和 Ag 的方法。

本方法简单、快速、准确,经过分析实践,结果满足选冶要求。

1 实验部分

1.1 仪器及主要试剂

GGX-1型和 PE-5000型原子吸收分光光度计,金和银空心阴极灯。GGX-1型工作条件见文献^[3,4],PE-5000型工作条件见表1。

Au、Ag 标准储备液 1.00mg/ml 含20%王水介质。

三苯基膦泡沫塑料的制备 将50mg 三苯基膦置于250ml 烧杯中,加入1~5ml 乙醚

溶解后放入10块1.5cm $\times$ 1.5cm $\times$ 2.5cm 的聚醚型泡沫塑料,用大培养皿盖挤压几次后,风干备用。

表1 PE-5000工作条件

工作条件	元 素	
	Au	Ag
波长(nm)	242.8	328.1
光谱通带(nm)	0.2	0.2
灯电流(mA)	6.0	5.0
干燥(℃)升温 和保持(S)	120,20,10	120,20,10
灰化(℃)升温 和保持(S)	600,10,20	900,10,20
原子化(℃)升温 和保持(S)	2000,0,2	2000,0,5
净化(℃)升温 和保持(S)	2500,1,4	2500,1,4
氩气流量 ml/min	300	250

吸附柱的制备 自制装置如图所示,用玻璃棒将泡沫塑料堆放如图位置,使用前用2%王水平衡吸附柱,上柱液控制流速小于3ml/min。

1.2 实验方法

在10%的王水溶液中,加入一定量的 Au

^① 邵文军 男,助理工程师,从事岩矿分析及贵金属分析。张明仁 男,工程师,从事原子吸收分析技术研究工作。

和 Ag 标准溶液,以小于 3ml/min 的流速,使溶液流过吸附柱。用 5ml 2% 王水洗涤吸附柱及烧杯各 2 次。待洗涤液流尽后用钩针将泡沫塑料取出,用水洗涤泡沫塑料数次,挤干。将吸附了 Au 和 Ag 的泡沫分别放入已盛有 10ml 1% 硫脲溶液的 25ml 比色管中。在沸水浴中,解吸 15min,用平头玻璃棒挤压泡沫塑料数次,趁热将溶液倾入 10ml 小烧杯中,放置片刻再按仪器条件测定。

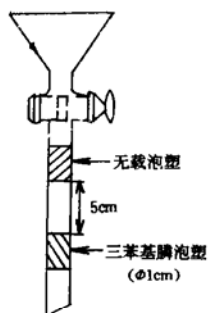


图 吸附柱

2 结果与讨论

2.1 Au 和 Ag 在(负载)泡塑上的吸附行为

聚醚型泡沫塑料对 Au 的吸附行为文献^[3]已有报道。本文在吸附柱中用聚醚型泡沫塑料对 Au 的吸附结果表明,当溶液以小于 3ml/min 速度流经吸附柱后,Au 的吸附率在 99% 以上。而试验结果表明,聚醚型泡沫塑料对 Ag 不吸附(见表 2)。

表2 不同泡塑对 Ag 的吸附情况^①

加入 Ag (μg)	PF 吸附效果		TPP-PF 吸附效果	
	吸附 Ag (μg)	回收率 (%)	吸附 Ag (μg)	回收率 (%)
5.0	0.00	0.0	5.00	100.0
10.0	0.00	0.0	9.90	99.0
20.0	0.02	0.1	19.80	99.0

①PF 为聚醚型泡塑,TPP-PF 为三苯基膦负载泡塑。

三苯基膦负载泡沫塑料对 Ag 的吸附行为文献^[2]已有报道。本文试验了三苯基膦负载聚醚型泡沫塑料在吸附柱中对 Ag 和 Au

的吸附情况。结果表明,当溶液的流速小于 3ml/min 时,Ag 的吸附率在 99% 以上(见表 2);而对 Au 吸附不完全,用硫脲解脱后测定,Au 的吸附率在 50% 左右。

2.2 吸附柱中 Au 和 Ag 的吸附行为

根据 Au、Ag 在不同泡塑上的吸附行为,本文将聚醚型泡沫塑料装在吸附柱体的上部,用以吸附 Au。将三苯基膦负载聚醚型泡沫塑料装在吸附柱体下部,用以吸附 Ag。以此达到在同一份试样中,同时吸附 Au、Ag 的目的。Au、Ag 之间的影响和回收率见表 3。

表3 吸附柱对 Au、Ag 的富集效果

加入 Au:Ag 量 (μg)	测得量(μg)					
	Au			Ag		
5:1	5.0	5.0	5.0	1.0	1.0	1.0
10:5	10.0	10.2	10.0	5.0	4.9	5.0
20:20	19.8	19.7	20.0	20.0	19.8	20.0
50:20	49.7	50.0	49.7	20.0	20.2	19.8
100:50	100.0	99.0	100.0	49.5	50.0	49.5

2.3 吸附条件的选择

2.3.1 介质和酸度对 Au、Ag 吸附的影响

在不同浓度的王水或 HCl 的 50ml 上柱液中,加入 20μg Au 和 Ag 标准溶液,按实验方法进行吸附解脱后测定。结果表明,Au、Ag 在王水和 HCl 浓度为 5%~20% 介质中都能被定量吸附,回收率 > 98%。考虑到王水介质更能结合生产实际,故本文采用 5%~15% 王水介质作为 Au 和 Ag 上柱液的酸度。

2.3.2 温度的影响

试验表明,Au 和 Ag 上柱吸附的最佳温度应在 15~20℃。如温度过高,泡沫塑料明显变黄影响对 Au、Ag 的吸附。

2.3.3 泡塑用量和吸附容量试验

将制备成不同重量的无载泡沫塑料和三苯基膦负载泡沫塑料装入柱中,含不同量 Au、Ag 的混合液分别上柱,按实验方法进行吸附解脱后测定,求出其平均回收率(结果见表 4)。

可见,泡塑重量在100~400mg 能定量吸附150 μ g 以下的 Au、Ag。但泡沫塑料重量过大时残留溶液体积相对增大,一般以泡沫塑料重量在100~200mg 为宜。

表4 泡塑用量和吸附容量试验

TPP-PF 或 PF 重量(mg)	加入 Au、Ag 重量 (μ g)	平均回收率(%)	
		Au	Ag
100	5.0~150.0	100.0	100.0
200	5.0~150.0	100.2	100.0
300	5.0~150.0	100.6	98.9
400	5.0~150.0	97.7	97.9

2.3.4 流速的影响

试验表明,上柱液的流速以小于3ml/min 为宜,流速过快分析结果严重偏低。上柱试液体积在50~200ml 间 Au、Ag 回收率无明显差异。一般以在50~100ml 为宜。

2.4 解脱条件的选择

2.4.1 解脱液浓度的影响

硫脲对 Au、Ag 有很强的络合能力^[3],本文试验了不同浓度的硫脲溶液对 Au、Ag 的解脱情况。结果表明,硫脲浓度在0.5%~4.0%都能定量解脱 Au、Ag。为了兼顾火焰与石墨炉原子吸收法测定,本文选用1.0%的硫脲溶液做为 Au、Ag 解脱液。

2.4.2 解脱温度和时间影响

硫脲对 Au 和 Ag 的解脱必须在沸水浴的条件下进行。解脱时间应在15min 以上。本文选用解脱时间在15~25min。适量的酸度和 Fe³⁺ 的存在有利于硫脲对 Au 和 Ag 的解脱。

2.5 共存离子干扰情况

经试验,对20 μ g Au 和10 μ g Ag,下列共存离子(以 mg 计)流经吸附柱后不影响测定:Na⁺、Ca²⁺、Mg²⁺、K⁺ 1000, Fe³⁺、Pb²⁺、Cu²⁺、Zn²⁺ 100, Mn²⁺ 50, As(Ⅲ) 10。有机物及残余碳存在影响吸附,可在溶液蒸至小体积时,加入少量 KClO₃ 和 HNO₃ 氧化除去。

2.6 样品分析及结果

分取试样量为:堆浸金氰化液10~50ml,电解液5~10ml,解吸液1~10ml,尾液大于50ml。

将上述溶液移入150ml 烧杯中,加入 HCl 1ml,在电热板上蒸至近干,取下加入1+1王水10ml,放在电热板上加热微沸3~5min,取下加水至约为50ml,摇匀,上柱。以下手续同实验方法。

取 Au、Ag 储备液配成含 Au、Ag 0.00、0.25、0.50、1.00……15.0 μ g/ml 的 Au、Ag 标准系列(1.0%硫脲溶液),用于火焰原子吸收法测定 Au 和 Ag。

取 Au、Ag 储备液配成0.00、0.02、0.04、……0.10 μ g/ml 的 Au、Ag 标准系列(1.0%硫脲溶液),用于石墨炉原子吸收法测定 Au 和 Ag。

样品分析结果见表5。

表5 样品分析结果^①

试液名称	Au		Ag	
	$\bar{x}$	RSD%	$\bar{x}$	RSD%
浸出液	0.91(10)	1.22	0.36(10)	2.31
尾液	0.005(10)	6.19	0.33(10)	2.64
电解液	11.92(5)	0.70	0.42(5)	5.0
解吸液	47.76(5)	1.40	0.19(5)	5.71

①尾液是浸出液流经活性炭吸附柱后的溶液。()中数字为测定次数。

3 参考文献

- 周锦帆,陆秀珍,郁林美等. 353E 树脂从氰化物溶液中吸附金和银的研究. 理化检验(化学分册). 1990,26(3): 167.
- 田盛芳,郭小伟. 泡塑101的制备及其对痕量银的分离富集. 黄金. 1990,11(2):30.
- 吴纯斌. 聚酯型泡沫塑料富集 GGX-1型原子吸收测定金. 辽宁地质. 1987,14(2):186.
- 岩石矿物分析编写组. 岩石矿物分析. 第3版. 第1分册. 北京:地质出版社,1991.
- 程瑞学. 硫脲对金银络合的机理. 稀有金属. 1988,7(3): 154.

(收稿日期:1992-02-24,修回日期:1992-07-29)

AAS Determination of Gold and Silver in Cyanide Solution after Preconcentration and Separation with Foams

Shao Wenjun and Zhang Mingren

(Shenyang Rock and Mineral Research Laboratory, Ministry
of Geology and Mineral Resources, Shenyang 110032)

Au and Ag are adsorbed on polyether foam or foam loaded with triphenyl phosphonate from 10% aqua regia, desorbed simultaneously with thiourea solution, and determined by flame or graphite furnace AAS. For the determination of 0.91 $\mu\text{g/ml}$ Au and 0.36 $\mu\text{g/ml}$ Ag, the RSD ($n=10$) were 1.22% and 2.31% respectively. The method has been applied to the analysis of eluate, electrolyte and cyanide solutions in the extracting process of gold.

Key words: gold and silver, polyether foam, triphenyl phosphonate, atomic absorption spectrometry (AAS)

第2届计算机在分析测试中应用 学术报告会

1992年10月21日至25日在桂林市地矿部科技交流中心召开了“计算机在分析测试中应用”的第2次学术报告会”。本届学术会议由中国地质学会岩矿测试专业委员会、中国光谱学会计算机学组、地质实验室计算机应用协会联合举办。

会议筹备组为本届报告会编辑了两册文集，一册为论文集、汇集了与会的45篇论文；另一册是实验室信息管理系统文集，翻译和编辑了国内外 LIMS 论文35篇。

来自分析科学各专业的科技工作者交流了计算机数据处理及数据库、实验室信息管理及质量管理、信息库的开发应用，运用化学计量学原理和神经网络处理分析化学信息，采用单板机或微机开发和改造分析化学仪器、物理性能测试仪器、桩基检测、土工试验仪器与计算机通信技术，在 UNIX、XENIX 分时操作系统，D-Link 网络和 DOS 操作系统的微机上开发了7种 LIMS，对实验室信息管理系统作了专题报告。

本届学术交流会从论文的数量、学术水平、应用效益都达到了新的高度，这必将推动分析测试技术和分析化学信息技术的发展。

地矿部岩矿测试技术研究所 应志春 供稿

(收稿日期:1992-11-15)