

文章编号: 0254-5357(2006)02-0193-02

泡塑富集-硫代米蚩酮萃取微珠比色法在野外测金的应用

曹建勇

(四川省地矿局404地质队, 四川 西昌 615000)

摘要: 在野外交通不便和无电力条件下,应用泡塑富集-硫代米蚩酮微珠萃取比色法,实现了5~1200 ng/g金的测定,结果与室内化学光谱法比较,无明金样品的相对误差可控制在60%以内,含明金样品的相对误差基本在100%~500%,可以满足化探找金及异常查证的要求。方法能有效地指导化探找金工作。

关键词: 金; 微珠比色; 硫代米蚩酮萃取; 野外现场分析

中图分类号: O614.123; O655.29 **文献标识码:** B

Application of Plastic Foam Preconcentration-TMK Extraction-Microbead Colorimetry in Determination of Gold in Field

CAO Jian-yong

(404 Geological Team, Bureau of Geology and Mineral Resources of Sichuan Province, Xichang 615000, China)

Abstract: A method for the determination of gold in field with plastic foam adsorption-TMK extraction-microbead colorimetry was developed. Comparing with in-door chemical-spectrometry, the relative error of the method was less than 60% for the samples with 5~1200 ng/g Au and without grained (bright) Au, and about 100%~500% for the samples with grained (bright) Au. The method satisfies the requirements for Au geochemical exploration and Au abnormal inspection in field.

Key words: gold; microbead colorimetry; TMK extraction; field *in-situ* analysis

微珠析出比色法由于无需昂贵的仪器设备及配件,在野外被用于多种金属的现场分析测定^[1-3]。泡塑富集-硫代米蚩酮(TMK)萃取微珠比色法测金是一种简易、快速的测定方法,用于室内检测已经非常成熟,其灵敏度可达ng量级水平^[4-5]。文献[6-7]对微珠析出比色法野外测定金进行了研究,检出限为2 ng。

本文将泡塑富集-微珠比色法应用于野外无电力条件下现场金的测试,实现了金量在5~1200 ng/g金的测定,结果与室内化学光谱法比较,无明金样品的相对误差可控制在60%以内,含明金样品的相对误差基本在100%~500%。结合长期从事金的野外现场测试的实践经验,总结出实验操作过程中的注意事项,可有效地指导化探找金工作。

1 实验部分

1.1 主要试剂和设备

金标准溶液:1 mg/L, $\varphi = 10\%$ (体积分数,下同)的王水介质(室内配制),在野外稀释后使用。

显色剂:

① 0.5 g/L TMK 提取剂(含 $\varphi = 50\%$ 的乙醇、 $\varphi = 50\%$

的正辛醇,室内配制)。

② 0.1 g/L TMK 提取剂(含 $\varphi = 70\%$ 的乙醇、 $\varphi = 30\%$ 的正辛醇,野外稀释0.5 g/L TMK 提取剂所得)。

③ 0.01 g/L TMK 提取剂(含 $\varphi = 90\%$ 的乙醇、 $\varphi = 10\%$ 的正辛醇,野外稀释0.1 g/L TMK 提取剂所得)。

pH 2.5~2.8 的含掩蔽剂的 H_3PO_4 体系缓冲溶液:称取 65 g NaH_2PO_4 加入 750 mL 蒸馏水中,溶解完全后,加入 15 g EDTA 溶解,再加入 70 g 尿素溶解,最后用经 $KMnO_4$ 处理的 H_3PO_4 调节 pH 2.5~2.8 (H_3PO_4 可能含有还原性物质,必须处理,将 H_3PO_4 加热至微沸,滴加 10 g/L $KMnO_4$ 至红色,继续加热至红色褪去后冷却备用)。

汽化炉。

其他试剂参照文献[4]。

1.2 分析手续

① 标准色阶的配制:分取 0、25、50、100、200、400、600、800、1000、1200、1500 ng 金标准溶液,分别加入 150 g/L KCl 溶液 3 滴,水浴蒸干。再加入 3~5 滴浓 HCl,蒸干,取下冷却,与样品同时显色。

② 称取 20~50 g 试样于 100~150 mL 塑料瓶中,加入

收稿日期: 2005-08-15; 修订日期: 2005-12-01

作者简介: 曹建勇(1972-),男,四川汉源县人,工程师,从事岩矿分析测试工作。电话:13981596972。

少许水润湿。缓慢加入7~10 mL 6 mol/L HCl,用塑料棒适当搅动,30 min后再加入2.5 mL 8 mol/L HNO₃,搅匀后冷浸或加热浸取。

③ 加入清水,调节王水酸度在10%~15%。加入1~2个1 cm×2 cm的泡沫塑料(预先经处理:选择洁净无油污泡沫塑料剪至1 cm×2 cm规格,放入10%~15%的王水溶液中浸泡1天,清水洗净后晾干),用塑料棒依次搅拌吸附1 h后取出泡沫塑料,用清水洗净。

④ 将已洗净的泡沫塑料放于坩埚中,在汽化炉上进行灰化,直至无黑色颗粒。取下坩埚,冷却,加入浓王水6~10滴,在水浴锅上蒸干,再次加入3~5滴浓HCl,蒸干,取下冷却。

⑤ 加入150 g/L KCl溶液3滴,pH 2.5~2.8的H₃PO₄缓冲液10滴,缓慢摇动坩埚,使溶液均匀并将蒸干物溶解。加入1滴0.01 g/L TMK提取剂,轻摇坩埚,使其显色后,目视比色法测定 $m(\text{Au}) < 100 \text{ ng}$ 的试样,再次加入1滴0.01 g/L TMK提取剂,并目视比色法测定。以同样的方法加入1~2滴0.1 g/L TMK提取剂,目视比色测定 $m(\text{Au})$ 为100~800 ng的试样。对于 $m(\text{Au}) > 800 \text{ ng}$ 的试样,加入1~1.5 mL缓冲液、1滴0.5 g/L TMK提取剂、1.0 mL无水乙醇,轻轻摇动,使其均匀显色,目视比色法测定。

2 分析结果

应用本方法对土壤、水系沉积物及管理样中的金进行了测试,分析结果见表1。

表1 样品中金的分析结果
Table1 Analytical results of gold in samples

样品类型	样品编号	$w(\text{Au})/(\text{ng} \cdot \text{g}^{-1})$		相对误差/%
		本法	室内化学光谱法	
土壤	三TC3-H5	200	40	400 ^①
	三TC3-H6	10	10	0
	三TC3-H7	10	10	0
	三TC1-H5	90	210	-57.1
	三TC1-H6	990	1000	-1.0
	三TC1-H8	70	60	16.7
	先-3-24	5	5.4	-7.4
	先-3-28	60	78	-23.1
水系沉积物	南521b2	15	13	15.4
	南521c4	300	259	15.8
	南485b2	5	6.7	-25.4
	南504a2	30	30	0
	南518d4	30	47.8	-37.2
管理样	GAu-7	80	87±4	-8.0
	GAu-3	5	6.2±0.5	-19.4

① 表示测定结果超差,这是由于样品中存在明金,样品不均匀导致结果误差较大。

笔者采用本法在野外进行了大量样品测定,方法检出限为5 ng。根据对金量为5~1200 ng/g样品的测定结果与室内化学光谱法比较,统计表明,当样品分析粒度<74 μm(过200目筛)时,相对误差为0~200%;分析粒度为0.15~0.18 mm

(过80~100目筛)时,对不含明金样品相对误差可控制在60%以内,含明金样品相对误差基本为100%~500%。

3 操作注意事项

① 样品的代表性:对化探样品采取翻滚法混匀后,用牛角勺随机取样。

② 样品的分析粒度:在野外无电力条件下,由于化探找矿对分析测试要求具有快速性,样品分析粒度采用<74 μm(过200目筛)时,因制样速度太慢,导致分析速度不能满足化探工作要求。实际生产中,土壤样品采用分析粒度0.18 mm(过80目筛),水系沉积物采用0.15 mm(过100目筛)。

③ 对有机物含量高的土壤和硫化物含量高的水系沉积物样品必须焙烧。

④ 样品分解中,王水用量一般为15~20 mL,对含碳酸盐类样品采用20 mL,其他样品采用15 mL。

⑤ 王水加入时,应先缓慢加入HCl并浸取15~30 min后再加入HNO₃。

⑥ 王水浸取金的时间为加热浸取2~3 h,或冷浸过夜后第二天再加热搅拌浸取1 h以上。

⑦ 吸附时,为了防止浸取液损失,采用塑料棒搅拌吸附法。对30件样品采用1 h搅拌时间已足够;30~50件样品应增加搅拌时间0.5~1 h。

⑧ 对于 $m(\text{Au}) > 800 \text{ ng}$ 的试样,应使用大体积显色,适当调整缓冲液及正辛醇和乙醇的用量,并与标准系列一致。

⑨ 每次用后的坩埚应在10%~30%的王水溶液中浸泡3 h以上。

⑩ 对含明金样品,应加大分析用样量并进行平行分析。

4 参考文献

- [1] 靳兰兰,王秀季,盛绍基,等.野外现场多元素快速分析方法和应用 II.铜铁锌的测定[J].岩矿测试,2002,21(4):259-265.
- [2] 王秀季,靳兰兰,肖茂山,等.野外现场多元素快速分析方法和应用 III.磷钙镁的微珠比色测定[J].岩矿测试,2003,22(1):15-20.
- [3] 陈冬梅,黄慧萍,盛绍基,等.野外现场多元素快速分析方法和应用 IV.砷和镉的微珠比色测定[J].岩矿测试,2004,23(1):25-29.
- [4] 岩石矿物分析编写组.岩石矿物分析(第一分册)[M].3版.北京:地质出版社,1991:844-847.
- [5] 吕文广,郑景宜.我国野外现场金快速分析进展[J].矿产与地质,2001,15(增刊):486-489.
- [6] 盛绍基,戚文玲,李品光,等.痕量金的微珠析出比色法[J].分析化学,1988,16(2):153-155.
- [7] 盛绍基,戚文玲,杨祥,等.野外现场多元素快速分析方法和应用 I.分析技术及金的测定[J].岩矿测试,2002,21(2):81-92.