

# 聚氨酯海绵富集-火焰原子吸收法测定矿石中的金

张正永

楚雄有色勘测工程有限公司

DOI: 10.32629/jpm.v7i2.8743

**[摘要]** 本文以王水分解矿样, 聚氨酯海绵富集, 硫脲脱附, 火焰原子吸收法测定矿石中的金, 并对聚氨酯海绵的预处理、王水浓度、吸附时间、硫脲脱附剂的处理等因素进行了实验, 获得了最佳测定条件, 通过国家标样验证表明回收率在 98.44%~100.17%之间, 相对标准误差 (RSD) 为 1.931%。

**[关键词]** 聚氨酯海绵; 吸附时间; 硫脲; 原子吸收光谱法

## Determination of gold in ore by flames atomic absorption spectrometry after separation and enrichment with polyurethane sponge

Zhang Zhengyong

Chuxiong Nonferrous Survey Engineering Co., Ltd

**[Abstract]** Determination of gold in ore by flames atomic absorption spectrometry after dissolution with aqua regia, separation and enrichment with polyurethane sponge, desorption with thiourea solution. And experimented on sponge processing, aqua regia concentrations, adsorption time, thiourea concentrations to ascertain the best operating conditions. Standard sample confirmed that the RSD (%) was 1.931 (n=11) and recovery of 98.44% ~ 100.17%.

**[Key words]** polyurethane sponge; adsorption time; thiourea; atomic absorption spectrometry

金是一种重要的贵金属, 长期以来它被作为金融储备、货币、首饰等, 然而其在矿石中的品位比较低, 因此对金进行快速、准确地分析化验对资源勘探、矿山开采、生产指标控制起着极其重要的作用。目前金的检测的方法很多, 如火试金法、醋酸丁酯富集碘量法<sup>[1]</sup>, 电感耦合等离子质谱法<sup>[2]</sup>, 电感耦合等离子原子发射光谱法<sup>[3]</sup>, MIBK 萃取富集原子吸收光谱法<sup>[4]</sup>、活性炭或泡沫塑料富集原子吸收光谱法<sup>[5-7]</sup>等, 这些方法有的操作繁琐, 有的所需设备昂贵, 还有的用到有机试剂萃取毒性较大, 不适用于矿山大批量样品的分析检测。本文以王水分解矿样, 聚氨酯海绵富集, 火焰原子吸收测定矿石中的金, 经国家

标样检验结果可靠而且操作简便、快速。

### 1 实验部分

#### 1.1 实验设备及试剂

马弗炉: SRTX-8-13 长沙市远东电炉厂

HY-4 调速多用振荡器

瓷烧皿

聚氨酯海绵

WFX-320 原子吸收分光光度计: 北京瑞利分析仪器公司,

仪器工作条件

表1 仪器工作条件

Table1 Instrument working conditions

光源	灯电流	波长	狭缝	燃烧器高度	空气压力	乙炔压力	空气流量	乙炔流量
Au 空心阴极灯	3mA	242.8nm	0.4nm	6mm	0.3MP	0.09MP	7.0L/min	1.0L/min

分析天平: METTLET TOLED AB135-S

1+1 王水 (现配现用)

HCl: AR, HCl 含量 36~38%, 重庆川东化工集团有限公司

HNO<sub>3</sub>: AR, 含 HNO<sub>3</sub> 65~68%, 重庆川东化工集团有限公司

溴水: AR, Br<sub>2</sub> 含量 3.0%, 天津市致远化学试剂有限公司

硫脲: AR, 硫脲 ≥ 99.0%, 天津市致远化学试剂有限公司

NaOH: AR, NaOH ≥ 96.0%, 汕头市西陇化工有限公司

Au 基准液

(A) 金基准溶液: 准确称取纯金片 (99.99%) 0.5000g 于 250mL 烧杯中, 加入王水 10mL 分解完全后移入 500mL 容量瓶中, 加入王水 50mL, 用水稀释至刻度, 摇匀, 此液含 Au 为 1mg/mL

(B) 准确抽取 A 液 10mL 于 1000mL 容量瓶中, 补加浓 HCl

50mL, 用水稀释至刻度, 充分摇匀, 此液 Au=10 μg/mL

#### 1.2 实验方法

##### 1.2.1 条件实验方法

移取一定体积的 Au 标准液于 300mL 三角烧杯中, 加入一定体积的 1+1 王水, 加水稀释至 100mL, 加入 3~6 滴溴水, 一块处理过的聚氨酯海绵, 用橡胶塞塞紧瓶口, 在往复振荡机上振荡一段时间, 取出海绵, 用自来水反复洗涤后再用蒸馏水洗涤并挤干水分后置于 50mL 比色管中, 加入一定质量浓度的硫脲溶液 (含 1% 盐酸) 25mL, 在沸水浴中加热一段时间后用玻璃棒海绵并挤压数次, 取出海绵冷却至室温并充分摇匀后于火焰原子吸收光谱仪在波长 242.8nm 处测量吸光度。

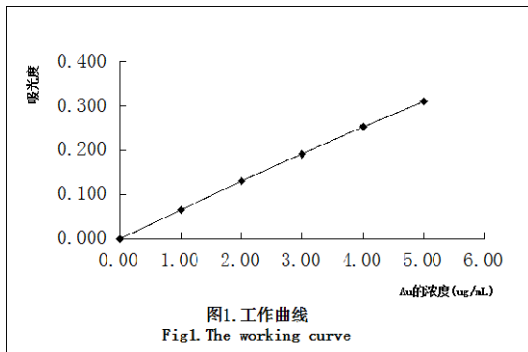
##### 1.2.2 矿石样品的分析

称取 5.00~30.00g 样品于瓷烧皿中, 置于高温炉 (600℃)

灼烧 1h, 中间取出搅拌 2~3 次, 冷却后移入 300mL 三角烧瓶中, 以少许水润湿后加入 1+1 王水 40mL, 充分摇动后置于电炉上微沸 30min, 至液体体积约 20mL, 取下冷却后以水稀释至 100mL, 加入溴水 6 滴及处理好的聚氨酯海绵一块, 用橡胶塞塞紧瓶口, 在往复式振荡机上振荡 30min, 取出海绵, 用自来水充分洗涤后再用蒸馏水洗涤并挤干水分后置于 50mL 比色管中, 加入 2.0% 的硫脲溶液 25mL, 在沸水浴中加热 30min 后用玻璃棒海绵并挤压数次, 取出海绵冷却至室温并充分摇匀后于火焰原子吸收光谱仪在波长 242.8nm 处测量吸光度。

1. 2. 3 标准曲线绘制

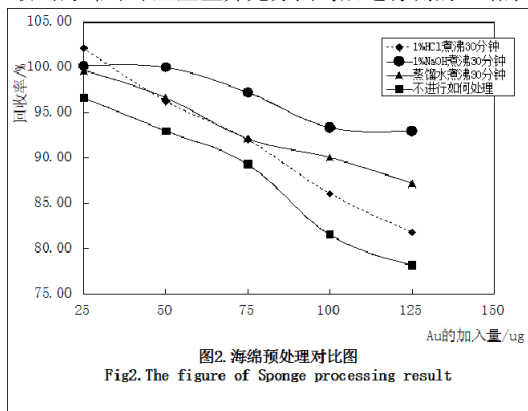
取 5 个 100mL 容量瓶, 以洗液洗净后按顺序抽入 10.00、20.00、30.00、40.00、50.00mL Au=10 μg/mL 的金基准液, 补加 (1+1) 王水 5mL, 定容并充分摇匀, 此系列标准液含 Au 分别为 1.00 μg/mL, 2.00 μg/mL, 3.00 μg/mL, 4.00g/mL, 5.00 μg/mL, 于原子吸收分光光度计测定吸光度绘制曲线如下:



2 结果讨论

2. 1 聚氨酯海绵的预处理方法的影响

取长、宽、高各 2cm 的聚氨酯海绵块分别做如下处理: (a) 1% HCl 煮沸 30 分钟, (b) 1% NaOH 煮沸 30 分钟, (c) 蒸馏水煮沸 30 分钟, (d) 不作任何处理。将处理好的海绵加入到已加有一定量的金标准液, 30mL (1+1) 王水的 300mL 锥形瓶中, 加水至 100mL, 振荡 30min, 取出海绵, 洗净后置于 50mL 比色管中, 加入 2.0% 的硫脲溶液 25mL, 在沸水浴中加热 30min 取出海绵冷却至室温并充分摇匀后进行测的, 结果如下:



由图 2 可知海绵以 1% NaOH 煮沸 30min 对金的吸附效果较其它处理方法好, 原因可能是在 NaOH 溶液中, 海绵孔表面的油污等脂类物质水解, 使得海绵表面积相对增大。

2. 2 王水浓度的影响

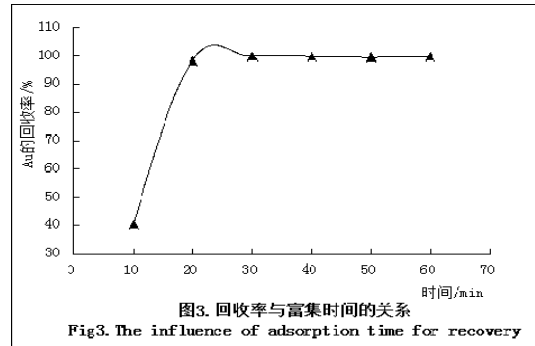
1+1王水加入量/mL	王水浓度/%	测量值/μg	回收率/%
10	5	70.85	94.47
20	10	75.01	100.01
30	15	73.97	98.63
40	20	73.83	98.44

50	25	71.15	94.87
60	30	70.53	94.04

由表 2 可知海绵的吸附能力随王水浓度的增加先逐渐增强, 在王水浓度为 10% 时达最大值, 当王水浓度超过 20% 后明显减弱, 原因可能是酸度加大, 加重了对海绵的腐蚀, 使得海绵变软, 海绵的表面积变小, 本实验选择王水浓度为 10%。

2. 3 振荡时间的影响

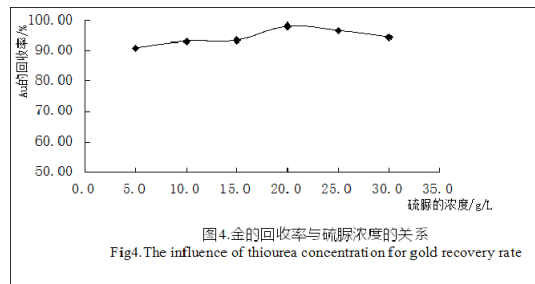
准确移取 Au=5 μg/mL 的标准液 5.00mL 于 6 个的 300mL 锥形瓶, 分别加入 1+1 王水 20mL, 加水至 100mL, 加入已经 1% NaOH 煮沸处理的海绵一块, 溴水 6 滴, 振荡 10~60min, 硫脲浓度 (含 1% 盐酸) 2.0%, 解脱时间 40min, 测定结果如下:



由图 3 可知随吸附时间的增加金的回收率逐渐上升, 30 分钟后金的回收率趋于稳定, 说明吸附 30 分钟金已吸附完全, 为了保险起见本实验选择吸附时间为 40 分钟。

2. 4 硫脲浓度的影响

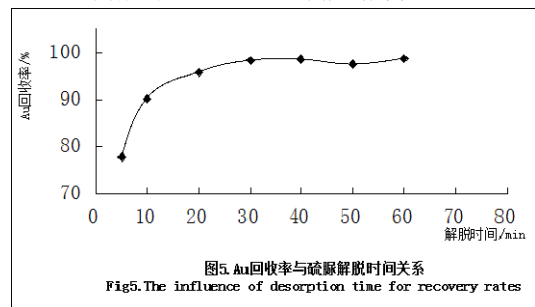
准确移取 Au=5 μg/mL 的标准液 20.00mL 于 6 个的 300mL 锥形瓶, 分别加入 1+1 王水 20mL, 加水至 100mL, 加入已经 1% NaOH 煮沸处理的海绵一块, 溴水 6 滴, 振荡 40min, 硫脲浓度 (1% 盐酸) 2.0%, 解脱时间 40min, 测定结果如下:



由图 4 可知金的回收率随硫脲浓度的增加逐渐上升, 在硫脲浓度为 20g/L 时达到最大值, 超过 20g/L 后回收率有下降趋势, 因此确定最佳浓度为 20g/L。

2. 5 硫脲解脱时间的影响

准确移取 Au=5 μg/mL 的标准液 20.00mL 于 6 个的 300mL 锥形瓶, 分别加入 1+1 王水 20mL 加水至 100mL, 加入已经 1% NaOH 煮沸处理的海绵一块, 溴水 6 滴, 振荡 40min, 硫脲浓度 (1% 盐酸) 2.0%, 解脱时间 5~60min, 测定结果如下:



由图5可知解脱30min后金的回收率趋于稳定,说明金已全部解脱在硫脲溶液中,为了保险起见本实验选择解脱时间为40min。

### 2.6 干扰离子实验

准确加入 Au100 μg, 分别加入一定量的干扰离子, 加入

1+1 王水 20mL, 加水至 100mL, 振荡 30min, 取出海绵, 洗净后置于 50mL 比色管中, 加入 2.0%的硫脲溶液 25mL, 在沸水浴中加热 30min 取出海绵冷却至室温并充分摇匀后进行测的, 结果如下:

表3 干扰离子实验

Table3 The test of disturbance element

序号	Cu (mg)	Ag (mg)	Sn (mg)	Pb (mg)	Co (mg)	Mo (mg)	Au 的回收率 (%)
1							98.99
2	40						97.83
3		40					98.67
4			40				99.10
5				20			98.20
6					20		97.70
7						20	98.24
8	40	40	40	20	20	20	98.52

由上表可知, Cu (40mg)、Ag (40mg)、Sn (40mg)、Pb (40mg)、Co (20mg)、Mo (20mg) 均不会影响金的测定。

### 2.7 矿样加标回收实验

称取一定质量的试样于瓷烧皿中, 置于高温炉 (600℃) 灼烧 1h, 中间取出搅拌 2~3 次, 冷却后移入 300mL 三角烧瓶中, 加少量水润湿后加入 1+1 王水 40mL, 充分摇动后置于电炉上微沸 30min, 至液体体积约 20mL, 取下冷却后加入一定体积的 Au

标准溶液, 以水稀释至 100mL, 加入溴水 6 滴及处理好的聚氨酯海绵一块, 用橡胶塞塞紧瓶口, 在往复振荡机上振荡 30min, 取出海绵, 用自来水充分洗涤后再用蒸馏水洗涤并挤干水分后置于 50mL 比色管中, 加入 2.0%的硫脲溶液 25mL, 在沸水浴中加热 30min 后用玻璃棒海绵并挤压数次, 取出海绵冷却至室温并充分摇匀后于火焰原子吸收光谱仪在波长 242.8nm 处测量吸光度, 测定结果如下:

表4 加标回收实验

Table4 The test of Au recovery rate

试样编号	样重	标样含 Au 量	加入 Au 的量	测量值	加标回收率
	g	μg	μg	μg	%
GBW (E) 070021	10.00	14.30	50.00	64.24	99.91
1.43 μg/g	15.00	21.45	25.00	46.53	100.17
GAu-17a	10.00	32.00	50.00	80.72	98.44
3.20 μg/g	20.00	64.00	25.00	88.94	99.93
GBW07189	10.00	39.80	50.00	89.34	99.49
3.98 μg/g	20.00	79.60	25.00	103.93	99.36

### 2.8 精密度实验

称取 30.00g 试样 (国家标样 GBW (E) 070021) 11 份于瓷烧皿中, 按本文矿石样品分析方法进行分析测定, 测定结果如下:

表5 精密度实验

Table5 The test of precision

样品编号	测量值						平均值	RSD
	μg/g						μg/g	%
GBW (E) 070021	1.405	1.419	1.410	1.447	1.414	1.443	1.422	1.931
1.43 μg/g	1.458	1.356	1.434	1.435	1.423			

## 3 结论

(1) 本法以聚氨酯海绵富集、硫脲脱附溶解、火焰原子吸收光谱法测定矿石中的金, 经国家标准样品检验方法可靠简便, 且方法所用的富集材料聚氨酯海绵廉价易得, 适合于矿山大批量含金矿样的分析。

(2) 本法的最佳操作条件是: 焙烧时间 1h (600℃); 聚氨酯海绵以 1%NaOH 溶液煮沸 20min 进行预处理; 吸附王水浓度 10% (体积比), 吸附时间 30min; 硫脲解脱液浓度 2% (含 1%HC1), 解脱时间 40min; 测定波长 242.8nm。

### 【参考文献】

- [1]朱丽琴, 李幼民. 醋酸丁酯富集碘量法快速测定金 [A] 中南工业大学学报 (自然科学版), 2003 (1) 第 34 卷第 2 期
- [2]李小红, 储溱等. 泡沫塑料富集—电感耦合等离子体质谱法测定地质样品中痕量金 [A] 资源环境与工程, 2006 (6) 第 20 卷第 3 期

[3]谈建安, 黑文龙等. 泡塑吸附—电感耦合等离子体发射光谱法测定矿石中的金. 岩矿测试 2009 年 4 月第 2 期第 28 卷: 147—150

[4]吴伟明, 杜海燕等. 矿石中金的分析测定 [B] 黄金, 2005 年第 12 期第 26 卷

[5]周燕兰, 黄立平等. 活性炭吸附—火焰光度法测定金锑矿中的金. 科技创业家 2012 (7): 177—179

[6]王立平, 杨明灵. 泡沫塑料动态吸附—火焰原子吸收光谱法测定金. 化工时刊. 2012 年 6 月第 26 卷第 6 期

[7]张明祖等. 泡沫塑料富集原子吸收法测定矿石中的金 [A] 分析测试黄金 2013 年第 3 期第 34 卷

作者简介: 张正永, 1988—11—07, 男, 云南楚雄, 汉族, 本科, 化验工程师, 研究方向: 矿山地质勘查地下水检测, 土工试验测试, 有色金属元素检测。