

氯化钠-硝酸溶矿-原子吸收法测定金*

The application of NaCl-HNO₃ ore dissolution-AAS method to the determination of gold

聂凤莲¹, 王丽华², 陈占生¹, 陈雪¹

(1 中国人民武装警察部队黄金地质研究所, 河北 廊坊 065000; 2 河北省地勘局第三地质大队, 河北 张家口 075000)

NIE FengLian¹, WANG LiHua², CHEN ZhanSheng¹ and CHEN Xue¹

(1 Gold Geological Institute, Chinese People's Armed Police Force, Langfang 065000, Hebei, China; 2 No. 3 Geological Party, Hebei Bureau of Geology and Mineral Exploration, Zhangjiakou 075000, Hebei, China)

摘要 样品经高温灼烧去除易挥发组分及有机物后, 用食盐(氯化钠)和硝酸分解, 泡沫塑料分离富集, 原子吸收法测定金。用国家标准物质分析验证, 其精密度和准确度均符合规范要求。经不同样品处理方法测定结果比较, 其测定结果基本一致。该法可降低成本, 减少环境污染。

关键词 NaCl-HNO₃溶矿; 原子吸收法; 测定; 金

采用王水溶样, 活性炭动态吸附或聚胺聚醚脂型泡塑静态吸附原子吸收法测定金, 是岩石及化探样品中测定金的常用方法(岩石矿物分析编写组, 1991; 薛光, 1990)。然而, 一些资料显示, 采用低成本的NaCl(分析纯)可以代替王水中的HCl进行分解试样^①(杨明荣等, 2004; 谢新潮等, 2003; 洪飞等, 2002)。本文就是在此基础上进行的条件试验, 通过试验发现, 用食盐(主要成分为NaCl)代替盐酸分解试样与分析纯NaCl代替盐酸分解试样结果基本一致, 其精密度和准确度均符合规范要求, 并且与王水分解法相比, 不仅大大降低了成本, 也改善了分析测试人员的工作条件, 减少了对环境的污染。

1 实验部分

1.1 主要试剂与材料

(1) 金标准溶液: 称取金粉(99.99%) 0.2500 g于150 ml小烧杯中, 加入9 ml HCl和3 ml HNO₃于电热板上加热溶解40 min, 转移至500 ml容量瓶中, 王水(1+9)定容, 摇匀。该溶液浓度为 $\rho(\text{Au})=500 \mu\text{g/ml}$ 。

(2) 试剂: 主要有硝酸、加碘食盐、硫脲。硝酸、硫脲均为分析纯, 食盐为中盐河北盐业专营有限公司产海晶牌加碘精制盐。

(3) 泡沫塑料的准备: 将市售聚胺脂型泡沫塑料剪去边皮, 剪成7×2×1 cm(常量金用)和1×1×2 cm(微量金用)的小块, 用2%~3% HCl冷浸24 h后以水漂洗, 挤干后放入塑料瓶中备用。

1.2 仪器及工作条件

1.2.1 仪器

日本日立公司Z-5000型原子吸收分光光度计。

*第一作者简介 聂凤莲, 女, 1970年生, 工程师, 主要从事岩矿分析及测试方法研究。E-mail: nfl0728@sina.com

①薛光. 2002. 地质样品中金分析测试方法的最新进展. 武警黄金部队分析测试技术培训材料五(内部资料)。

1.2.2 工作条件

选定优化后的仪器工作条件。

测定常量金工作条件 (聂凤莲等, 2007): 波长 242.8 nm, 狭缝宽度 0.4 nm, 偏振塞曼背景校正, 灯电流 5 mA, 空气-乙炔火焰, 燃气流量 1.8 L/min, 助燃气压力 140 kPa, 燃烧器高度 5 mm。

测定微量金工作条件 (艾晓军等, 2006): 波长: 242.8 nm, 狭缝宽度 0.4 nm, 灯电流 5 mA, 偏振塞曼背景校正, 斜坡升温, 峰高测量方式, 样品溶液 15 μl , 抗坏血酸基体改进剂 5 μl 。石墨炉最佳升温程序见表 1。

表 1 石墨炉升温程序表

程序	温度/ $^{\circ}\text{C}$	时间/s
干燥	起始 100 终止 105	35
灰化	起始 105 终止 300	20
原子化	2200	3
清除	2400	4

1.3 样品处理

将试样置于 40 ml 瓷坩埚或瓷舟中, 经 650~700 $^{\circ}\text{C}$ 高温灼烧 1 h 以上 (常量金在 450 $^{\circ}\text{C}$ 保温 0.5 h), 取出冷却。将样品移入俱塞锥形瓶中, 用水湿润, 加 10 ml 浓硝酸及浓度为 15 % 的加碘食盐 50 ml, 摇匀于电热板上低温加热溶解 40~60 min, 体积约剩 20 ml, 用自来水稀释至 150 ml 左右, 投入事先准备好的泡塑, 盖上塞子放在振荡器上振荡 20 min, 取出泡塑, 用浓度为 5 % 的 HCl 洗液洗净, 挤干, 放入盛有 20 ml $\rho=30 \text{ g/l}$ 硫脲的比色管中, 在微沸的水浴中保持 20 min, 取下, 用筷子将泡塑脱离液面并反复挤压 5~6 次, 弃去泡塑。解脱液在 Z-5000 型原子吸收分光光度计上测定。

2 结果与讨论

2.1 加碘食盐溶液浓度实验

平行称取标准物质 GAu-16、GAu-18、GAu-21 各 8 份, 置高温炉内灼烧后, 固定加入硝酸 10 ml, 分别加入 5%、10%、15%、20% 浓度的加碘食盐溶液 50 ml, 按样品处理步骤进行操作, 测定结果见表 2。

表 2 加碘食盐用量实验结果 ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)

标准物质	c(食盐)/%	测定值	标准值	标准物质	c(食盐)/%	测定值	标准值	标准物质	c(食盐)/%	测定值	标准值
GAu-16	5	1.10	1.09	GAu-18	5	9.64	10.0	GAu-21	5	49.9	53.0
		1.10				9.70				47.6	
	10	1.10	10.0		10	10.0	51.3				
		1.09				10.2					
	15	1.10	10.1		15	10.1	52.5				
		1.10				10.3					
20	1.12	10.2	20	10.2	53.0						
	1.09			10.1		52.2					

从测定结果可以看出, 除高含量的 GAu-21 在加入浓度为 5% 的加碘食盐溶液后结果偏低外, 其他的标准物质在不同的溶液浓度中的测定值均与标准值吻合。从测定结果还可以看出浓度为 15%、20% 的加碘食盐溶液的测定值与结果更吻合, 故选择浓度为 15 % 的加碘食盐溶液 50 ml 作为样品的分解条件。

2.2 硝酸用量实验

平行称取 GAu-16、GAu-18、GAu-21 各 6 份, 方法步骤同上, 固定加入 15% 的加碘食盐溶液, 改变硝酸用量分别为 5 ml、10 ml、15 ml, 按样品处理步骤进行操作, 测定结果见表 3。

表 3 硝酸用量实验结果 ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)

标准物质	浓硝酸	测定值	标准值	标准物质	浓硝酸	测定值	标准值	标准物质	浓硝酸	测定值	标准值
GAu-16	5 ml	1.00	1.09	GAu-18	5 ml	9.68	10.0	GAu-21	5 ml	49.3	53.0
		1.08				9.90				51.9	
	10 ml	1.06	9.90		10 ml	53.4					
		1.05	10.0		52.7						
	15 ml	1.04	9.92		15 ml	54.0					
		1.08	9.96		52.8						

从测定结果可以看出, 在加入 5 ml 浓硝酸的情况下测定结果偏低, 其他的测定结果与标准值相吻合, 因此选择加入 10 ml 浓硝酸作为样品分解的条件。

3 方法精密度及准确度试验

3.1 方法精密度试验

平行称取国标 GAu-10 (标准值为 5.3 ng/g)、GAu-17 (标准值为 3.14 $\mu\text{g/g}$) 各 12 份, 按样品处理方法进行处理, 在最佳仪器工作条件下用标准曲线法测定, 测定结果见表 4。

表 4 方法精密度试验结果 ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)

样品编号	测定值				平均值	RSD/%
GAu-10	5.6	4.6	4.7	5.3	4.8	9.58
	4.4	4.3	4.2	4.2		
	5.1	4.9	4.6	5.2		
GAu-17	3.28	3.08	3.16	3.04	3.02	4.15
	2.92	2.90	3.16	3.00		
	2.90	2.94	2.94	2.92		

3.2 方法准确度试验

为充分考证本法所用试剂对不同岩性样品前处理的效果, 特称取不同岩性标样 GAu-9、GAu-10、GAu-12、GAu-14、GAu-15、GAu-16、GAu-17、GAu-18、GAu-21 各 2 份, 具体结果见表 5。

从表 5 可以看出, 采用本法获得金的分析结果均在标准值允许误差范围之内, 其准确度能满足岩石及化探样品中金的分析测定要求。

4 样品分析

平行称取 2005-W₁ 批室内编号为 WJ03、WJ13、WJ26、WJ41、WJ37 的样品, 采用本实验样品处理方法进行样品处理, 测定结果与 1+1 王水溶样、泡塑静态吸附及活性炭动态吸附结果进行比较, 结果基本一致。具体见表 6。

表 5 方法准确度试验结果

样品号	样品简述	标准值	测定值
GAu-9	花岗岩坡积土	1.5 ng/g	1.2 ng/g
GAu-10	卡林型金矿区土壤	5.3 ng/g	5.6 ng/g
GAu-12	含金低温硫化物矿区水系沉积物	21.5 ng/g	20.1 ng/g
GAu-14	碳酸盐岩微细粒金矿区土壤	100 ng/g	93.6 ng/g
GAu-15	含金多金属硫化物矿床上方土壤	0.30 $\mu\text{g/g}$	0.30 $\mu\text{g/g}$
GAu-16	蚀变砂岩金矿贫矿石	1.09 $\mu\text{g/g}$	1.06 $\mu\text{g/g}$
GAu-17	蚀变砂质页岩金矿石	3.14 $\mu\text{g/g}$	3.02 $\mu\text{g/g}$
GAu-18	断裂破碎带热液交代型金矿石	10.0 $\mu\text{g/g}$	9.96 $\mu\text{g/g}$
GAu-21	石英脉型金矿	53.0 $\mu\text{g/g}$	52.8 $\mu\text{g/g}$

表 6 不同样品处理方法分析结果对照 ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)

样品编号	方法 1	方法 2	本法
WJ03	0.91	0.95	0.90
WJ13	6.46	6.37	5.95
WJ26	11.4	11.8	11.1
WJ41	34.7	35.0	34.4
WJ37	94.4	92.6	93.6

方法 1: 1+1 王水溶样, 泡塑静态吸附; 方法 2: 1+1 王水溶样, 活性炭动态吸附。

5 结 论

综上所述, 采用食盐 (NaCl) 代替 HCl 分解样品, 可达到样品分析要求, 还可降低成本, 减少环境污染。当然对于一些特殊样品, 如含氧化铁及含锰、含石墨等的难处理样品应特殊情况特殊对待, 必要的时候还要用到 HCl 、 KClO_3 、 HClO_3 、 KMnO_4 及 NH_4HF_2 等, 否则容易造成结果偏低。

参 考 文 献

- 艾晓军, 聂凤莲. 2006. Z-5000 石墨炉原子吸收光谱法测定痕量金升温程序研究[J]. 黄金, 27(9): 42-45.
- 洪 飞, 刘耀华, 张英明, 巩宝珍. 2002. 氯化钠-硝酸溶矿-化学光谱法测定化探样品中的痕量金[J]. 山东地质, 18(1): 41-44.
- 聂凤莲, 冯 亮, 张蜀冀. 2007. 利用正交实验法原子吸收测定金最佳仪器工作条件的选择[J]. 现代科学仪器, 116(6): 128-130.
- 谢新潮, 赵彩虹, 葛为烈. 2003. 常量金野外快速分析方法[J]. 新疆地质, 21(2): 258.
- 薛 光. 1990. 泡沫塑料富集金[M]. 北京: 北京大学出版社.
- 岩石矿物分析编写组. 1991. 岩石矿物分析第一分册第三版[M]. 北京: 地质出版社.
- 杨明荣, 孙 鹏, 牟长贤, 石爱萍. 2004. 金矿样品的几种溶样方法[J]. 黄金地质, 10(1): 68-70.