

萃取分光光度法测定矿石中的微量金

诸葛芹 康永峰

(中国科学院青海盐湖研究所, 西宁, 810008)

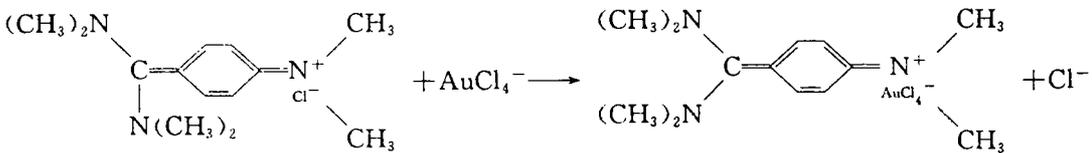
摘要 采用醋酸丁酯萃取矿样中的微量金, 结晶紫显色, 分光光度法测定, pH 1.8~2.5。紫色有机相的最大吸收波长为 596nm, 表现摩尔吸光系数为 $9.3 \times 10^3 \text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$, Au 的质量浓度在 0.10~5.00 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 范围内符合比耳定律, 样品中 Au 的含量 0.4 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 时的方法精密度 (RSD, n=5) 为 4.00%, 加标回收率为 93~110%。

关键词 金 萃取 分光光度

1 前言

近年来, 矿物中金的富集分离多采用表面活性材料吸附, 如用聚胺酯泡沫塑料^[1]、巯基棉 (SCF)^[2]、磷酸三丁酯 (TBP)^[3] 等从矿物中富集金, 然后采用碱性染料比色测金^[4-6], 但萃取剂多采用苯或乙醚, 萃取后的样品需经处理, 操作繁杂。

我们对上述方法做了进一步的改进, 在弱酸介质中, 结晶紫与四氯金酸阴离子生成离子缔合物显色测金, 用醋酸丁酯萃取分离, 其反应式可表示如下:



实验表明, 本方法简单、准确、干扰小, 结晶紫显色稳定时间较长, 使用试剂少且均为国产试剂, 同时避免了麻醉性的乙醚及有毒的苯对分析人员的健康和对环境所带来的影响。

2 实验部分

2.1 主要试剂与仪器

日本产 557 型分光光度计, 1cm 比色槽。

25ml 刻度带磨口玻璃塞比色管。

康氏振荡器。

恒温水浴。

0.02%结晶紫溶液:称取0.1g结晶紫溶于500ml温蒸馏水中,过滤后使用。

0.05mol/L盐酸溶液:量取2ml浓盐酸(12mol/L)稀释至500ml试剂瓶中。

醋酸丁酯(A.R.):北京化工厂。

金标准溶液:准确称取氯金酸(A.R.)2.0200g于500ml烧杯中,加入50ml 1mol/L HCl溶解,将此溶液移入1000ml容量瓶,按文献^[7]进行标定,使标准溶液的浓度为含金1.0mg/ml(A液),取A液1.0ml于100ml容量瓶中,用水稀释至刻度(B液),此溶液含金10 μ g/ml(临用时再稀释)。

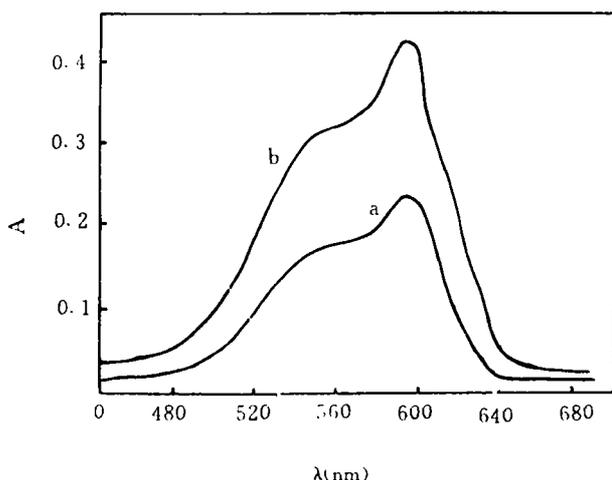


图1 显色络合物的吸收曲线
(a:3 μ g/ml;b:5 μ g/ml)

标准溶液,萃取显色后,在557型分光光度计上测其吸收曲线,结果表明(图1):波长在596nm处有一最大吸收峰。

3.2 酸度影响

取含金量为3.0 μ g的标准溶液,其它条件不变,只改变酸度,显色后测其吸光度,结果表明(图2):吸光度随pH值的增大而增大,当pH大于1.8时吸光度基本趋于恒定。因此,pH值控制在1.8~2.0之间为宜。

3.3 显色剂用量影响

取含金量为3.0 μ g的标准溶液,其它试剂加入量不变,只改变结晶紫的用量,测其吸光度,结果表明(图3)随着显色剂用量的增加,吸光值也随着增大,当显色剂的加入量在1.5~2.5ml时,吸光度基本保持不变。因此,实验中结晶紫的加入量为2.0ml。

2.2 实验方法

取一定量试样溶液于25ml比色管中,加入0.05mol/L盐酸溶液使总体积为10.00ml,加入0.01%结晶紫溶液2ml,摇匀,再加5ml醋酸丁酯萃取1.5min,放置20~30min,将上面的有机相用滴管吸入1cm比色槽中,在波长596nm处以试剂空白作参比于557型分光光度计上进行比色测定。

3 结果与讨论

3.1 络合物的吸收光谱

分别取3 μ g/ml、5 μ g/ml的金标

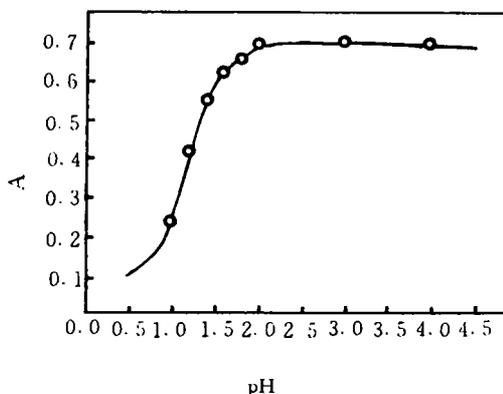


图2 pH值的影响

3.4 萃取(振荡)时间

取含金量为 $5.0\mu\text{g}$ 的标准金溶液,其它条件不变,只改变萃取(振荡)时间,结果表明(图4):萃取(振荡)时间超过 1.5min 以上吸光度无明显变化。因此,萃取(振荡)时间选为 1.5min 。

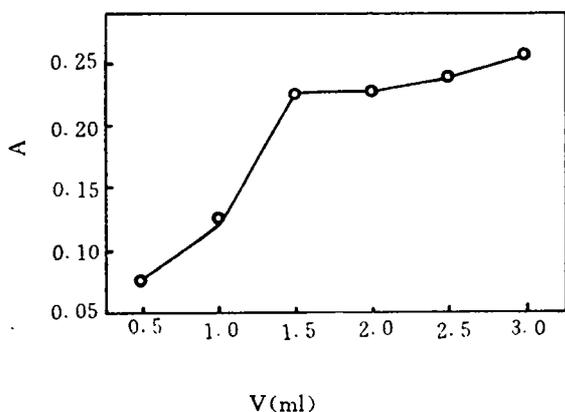


图3 显色剂用量的影响

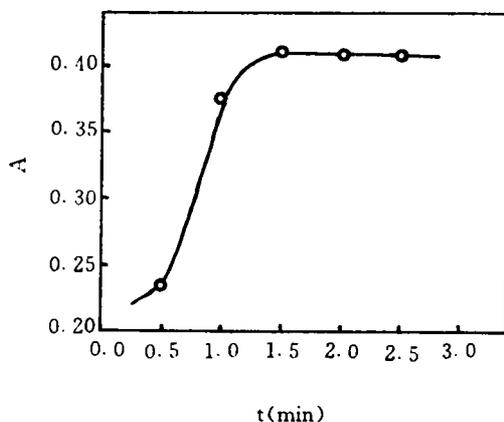


图4 萃取(振荡)时间的影响

3.5 萃取液稳定时间

取含金量为 $5.0\mu\text{g}$ 的标准溶液,其它条件不变,将萃取液放置不同时间,测定其吸光度,结果见表1。从表1中可以看出在 $15\sim 17\text{min}$ 之间吸光度变化很小,萃取液需放置 15min 后即可测定吸光度,而超过 70min 后吸光度发生变化。因此,本实验只可选在 $15\sim 30\text{min}$ 之间测其吸光值。

表1 萃取液稳定时间

放置时间(min)	吸光度(A)
5	不稳定
10	不稳定
15	0.400
20	0.401
25	0.401
40	0.403
70	0.400
90	0.429

3.6 共存离子影响

矿石中常伴生(共存)的离子有 Cu^{2+} 、 Ag^{+} 、 Pb^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Fe^{3+} 等,根据矿石中含金量与这些离子间的比例关系,进行了其中几种共存离子的影响实验,结果见表2。从表中可以看出, Fe^{3+} 含量增加,金的测定结果降低;而 Cu^{2+} 、 Zn^{2+} 离子含量增加,金的测定结果增高。

表 2 主要离子干扰试验结果(Au=5 μ g)

Fe ³⁺		Cu ²⁺		Zn ²⁺	
含量(μ g)	误差(%)	含量(μ g)	误差(%)	含量(μ g)	误差(%)
5 $\times 10^3$	+0.4	3 $\times 10^3$	0.0	2 $\times 10^3$	-6.0
1.0 $\times 10^4$	-1.4	3 $\times 10^3$	+0.2	4 $\times 10^3$	-2.0
1.5 $\times 10^4$	-2.0	8 $\times 10^3$	+0.4	6 $\times 10^3$	+0.4
				8 $\times 10^3$	-1.0

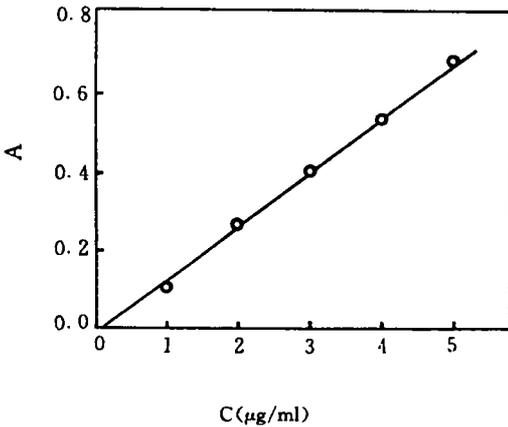


图 5 金标准曲线

3.7 工作曲线的绘制

取含 0~5.0 μ g 标准金溶液于 25ml 比色管中,以下按实验方法进行操作,结果如图 5。最后回归方程为:

$$Y = -0.01267 + 0.1378X$$

$$R = 0.99886$$

3.8 标准回收试验

称取含金量相同的一矿样,加入不同量的金标样(μ g/ml),测其回收率,测定结果如表 3。

表 3 标准回收试验

加入金量(μ g)	样品中的含 Au 量(μ g/ml)	测得值(μ g/ml)	回收率(%)
1.0	0.40	1.5	110
2.0	0.40	2.5	105
3.0	0.40	3.5	103
4.0	0.40	4.1	93

3.9 方法精密度

移取含金量 0.4 μ g/ml 的同一矿样,加入 3.5 μ g 的金标样,不同时间分别进行 5 次实验,结果见表 4。

表 4 方法精密度

分析次数	1	2	3	4	5	平均值	RSD(ω %)
测得值(μ g/ml)	3.85	3.82	3.90	3.85	3.90	3.86	4.00

4. 样品分析

4.1 矿样的处理方法

先将矿样破碎、研磨后置于瓷坩埚中,放入马弗炉 650℃烧 3h,放冷后称取一定量的矿样于 250ml 塑料瓶中,加少量水润湿,加王水在沸水浴上蒸煮 30min(加热过程中摇 3~4 次),取下稍冷,加蒸馏水,放入一块泡沫塑料,用橡皮塞塞紧,在振荡器上摇 0.5h,取出泡塑用自来水冲洗 2~3 次,再用蒸馏水冲洗 3~4 次,挤干水分放入瓷坩埚中,加 3ml 无水乙醇,点明火烧,最后放入马弗炉中 650℃烧 30min。取出冷却后,用 10ml 王水溶解并转入 100ml 烧杯中,蒸干王水后,用浓 HCl 赶 HNO₃ 三次,最后用 2mol/L HCl 溶解,用水稀释至所需的容量瓶中,取上述一定量试液于 250ml 比色管中。

4.2 浸取后的液体样

移取 50ml 液样于烧杯中,加 20%KCl 溶液 4~5 滴,烘干,再加少量浓 HCl 蒸干(重复 2~3 次),用 0.05mol/L HCl 溶入 100ml 容量瓶中。

分别取上述试液于 25ml 比色管中,按实验方法操作,测定试液的吸光度,计算分析结果,见表 4。

表 4 样品分析结果

样品编号	分光光度法	容量法	等离子光谱法
青海某 1# 矿样	60.0g/T	60.9g/T	—
青海某 2# 矿样	46.3g/T	51.6g/T	—
同仁某矿样	19.38g/T	—	20.9g/T
浸取后的 1# 矿样	5.20μg/ml	—	5.37μg/ml
浸取后的 2# 矿样	0.0873μg/ml	—	0.0871μg/ml

参 考 文 献

- [1] 郑大中, 黄金, 1990, 11(9): 44;
[2] 马自诚, 分析化学, 1988, 16(8): 713~715;
[3] 胡之德, 化学学报, 1964, 30, 352;
[4] 吴瑞林, 贵金属, 1981, 2, (3);
[5] 吴绍祖, 分析化学, 1993, 21(2): 148;
[6] 李新民, 分析化学, 1983, 11(1): 30;
[7] E. C. Stathis, H. C. Gatos, Ind. Eng. Chem, Anal. Ed. , 1946, 18: 801.

Determination of Trace Au in Ores by Extraction and Spectrophotometry

Zhuge Qin Kang Yongfeng

(Qinghai Institute of Salt Lakes, Chinese Academy of Sciences, Xining, 810008)

Abstract

Trace Au in ore samples is extracted with butyl acetate, determined by spectrophotometry at pH 1.8~2.5, crystal violet is used for color development. The maximum absorbance of the violet organic phase is at 600 nm with a molar absorptivity of $9.1 \times 10^3 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$. Beer's law is obeyed in the range of 0.10~5.00 $\mu\text{g}/\text{ml}$ for Au. The standard recovery is 93%~110% and the relative standard deviation is 4.00% ($n=5$) for 0.4 $\mu\text{g}/\text{ml}$ for Au.

Keywords Gold, Extraction, Spectrophotometry.