

纸色谱—硫代米蚩酮目视比色法测定岩矿中微量金

南京地矿所实验室 林文祥

岩矿中微量金的测定,一般采用炭粉吸附、萃取、离子交换等方法分离后,用原子吸收光度法或孔雀绿、硫代米蚩酮萃取分光光度法测定。硫代米蚩酮—异戊醇(或正丁醇)萃取比色法灵敏度较高,但稳定性差,手续烦琐,不易掌握。我们试验用纸色谱分离直接在色谱纸上用硫代米蚩酮显色目视比色测定,手续简单、灵敏度高、稳定性好,可测定 $0.00x-0.x$ 克/吨金。

本方法矿样用王水分解,经炭粉吸附后制成的试液涂于色谱纸上,用乙醇—乙酸—水为展开剂^[1],按上行法层析2—3小时,用硫代米蚩酮显色,与标准系列 $0.025-1.0$ 微克金进行目视比色。

实验部分

一、主要试剂及设备

展开剂,乙醇:乙酸:水 = 160:5:35。

0.3%硫代米蚩酮(TMK)无水乙醇溶液(现用现配)。

标准金溶液

(1) 储存液:1毫升含1毫克金。称取纯金箔100毫克溶解于10毫升王水中,加15%氯化钾溶液3滴,蒸发至近干,加5毫升浓盐酸,再蒸发至近干,用2N盐酸稀释至100毫升容量瓶中。

(2) 工作液:1毫升含1微克金,1毫升含0.1微克金。用储存液以3%盐酸稀释成1毫升含10微克金,再以3%盐酸稀释成1毫升含1微克金和1毫升含0.1微克金的工作液。

色谱纸:3号新华色层纸(3.5×25 厘米)²

色层箱:塑料制品,直径40厘米,高38厘米。

展开皿: $28 \times 25 \times 3.5$ 厘米³。

层析架: $22 \times 22 \times 25$ 厘米³

层析隔板: 21.5×21.5 厘米²。

喷雾器:玻璃制品。

二、条件试验*

1. 展开剂中乙酸的含量对比移值(R_f)的影响试验

取100毫升乙醇—乙酸—水展开剂,固定乙醇为80毫升,展开剂中乙酸含量在0—10%间变化,用上升法层析2小时(喷碘化钾和氯化亚锡的盐酸溶液显色)。测得金、银、硒、碲、铜、镍、钴、钼、铁、砷等元素的比移值,次比移值为纵坐标,乙酸含量(%)为横坐标绘成比移值与乙酸含量的变化曲线。从试验曲线表明乙酸含量对金的层析影响不大,乙酸含量在2—5%范围内层析效果较好。

2. 层析温度对比移值的影响试验

固定展开剂的组分为乙醇—乙酸—水 = 80:2.5:17.5,层析温度由10—50℃间变化,用上升法层析2小时测得金、银、硒、碲、铜、镍、钴、钼、钡等元素的比移值。以比移值为纵坐标,层析温度为横坐标绘成比移值与温度的变化曲线。从试验结果看,层析时的温度对金的层析影响不大,温度在20—30℃范围内层析效果较好。

三、操作手续

称取10—30克矿样于250毫升锥形瓶中(硫化矿予先在700℃焙烧1小时除硫),以水润湿,加入25—50毫升盐酸,在电热板上加热15分钟,取下稍冷却。加入10—20毫升硝酸,继续加热煮沸1小时,体积

* 成都地质学院76届毕业生周樟华同志协助完成条件试验数据工作。

分析结果对照

矿样编号及名称	其它方法测定值	本方法测定值
	Au克/吨	Au克/吨
黄铜矿	0.55	0.75
铁闪铁矿	1.55	1.60
黄铁矿	1.69	1.70
闪锌矿	0.30	0.40
黄铜矿	2.60	2.70
磁铁矿	0.060	0.070
硅酸岩	0.833	0.83
方铅矿	0.10	0.08
黄铁矿	0.10	0.15
江西管理样	0.79	0.77

约30毫升时取下。用水洗表皿及瓶壁，抽气过滤，残渣用5%盐酸洗7—8次。将滤液移入250毫升烧杯中，加水至200毫升左右(约10%王水溶液)，加0.5克活性炭，搅拌1—2分钟，再加0.3克活性炭，搅拌1分钟。放置20—30分钟，隔5分钟搅拌一次。用中速定性滤纸过滤，5%盐酸洗涤烧杯，用小块滤纸擦净烧杯，滤纸放入漏斗中，再用5%盐酸洗8—10次，水洗二次。将活性炭连同滤纸移入瓷坩埚中，置高温炉中灰化。残渣加入2—3毫升王水和3滴20%氯化钾溶液，在水浴上蒸至近干，加入3毫升浓盐酸，蒸至近干，重复一、二次以赶硝酸。最后制成0.5—1毫升盐酸溶液(约6N)，用吸管将溶液涂于色谱纸离底边5厘米的部位，边烘边涂，用稀盐酸洗烧杯4—5次(每次约0.5毫升)，洗涤液同样涂

于色谱纸上。烘干后，将色谱纸上端折一段(约2—3厘米)插进展开剂中层析2—3小时，取出自然风干，喷上0.3%硫代米蚩酮乙醇溶液，立即与标准系列进行目视比色(如果显色剂颜色发浑，可放置第二天或第三天后进行目视比色)。

目视系列制备：吸取0.025、0.05、……1.0微克金的标准溶液与样品操作手续同时进行层析、显色。

四、分析结果

用上述方法对十多种矿石样品进行分析，测定结果(见表)和其它分析方法测定结果基本相符。

五、讨论

1. 单矿物样品分解后，试液可直接涂于色谱纸上进行层析分离。

2. 层析后自然风干，喷上0.3%TMK乙醇溶液，金与TMK形成淡红或红带灰色的络合物，金的含量愈高红色愈深。显色后立即与标准系列进行目视比色，否则试剂颜色变深无法比色，或放置24小时后才能分辨色调。金与TMK在色谱纸上形成的络合物很稳定，低含量系列可保存几周颜色不退，0.10—0.50微克金以上的色谱带可以保存几个月不变色。

参考资料

- [1] Jasins E. B. and Gottling W., *Z. Analyt. chem.*, 162, 423, 1958.

Colorimetric Determination of Micro Amount of Gold in Ores with TMK by Using Paper-chromatography

Lin Wen-Xiang

A new simple paper-chromatography for the colorimetric determination of micro amount of gold with thi^o-Michlers ketone(TMK) in ores has been studied. The sample solution in hydrochloric acid medium was introduced on chromatographic paper. The developing medium was alcohol-acetic acid-water solution and ascending process was applied. The chromatogram was developed with 0.3% TMK of ethyl alcohol solution. The R_f value of gold was found to be 0.99, the other elements such as Cu, Ni, Co, Se, As, Ag, Mo and Te were less than 0.82. The method could be applied to the determination of 0.00x-0.x g/T gold in ores.