

## 萃取色层分离—原子吸收分光光度法测定岩石中痕量银

辽宁地质矿产局地质矿产所 余宪恩 纪德权

原子吸收分光光度法测定银是一个较简便、快速的方法。但由于灵敏度的限制,不得不采取一些有效措施如分离富集等手段来满足生产上的要求。

本文探讨了 $N_{265}$  国产季胺型液体交换树脂萃取色层分离、富集银的行为。经实践证明,在有一定量氯离子存在下, $N_{265}$  能定量吸附银,1:1 盐酸淋洗后即可进行原子吸收测定。当有大量EDTA 存在时,微量银能与大量共存离子分离。因此本方法为快速、简便测定岩石中  $0.0\mu\text{ppm}$  以上的银提供了一个新的分离技术和测定方法。

### 实验部分

#### 一、试剂与仪器:

1. WFD-Y<sub>2</sub>型原子吸收分光光度计,附有WF-3型对数转换器,标尺放大倍数为3。

该仪器测定银的参数:

波长: 328.0nm

乙炔流量: 0.75升/分

空气流量: 4.0升/分

灯电流: 9mA

燃烧高度：标尺10

### 2. 担体和色层柱的制备：

在100毫升燃杯中放入液体 $N_{263}$  2克，加四氯化碳10毫升，待 $N_{263}$ 溶解后，再放入聚四氟乙烯担体25克，搅拌均匀，用水浸泡，备用。

于色层柱底部塞入一小块脱脂棉，把制备的担体倒入色层柱里，让担体自由下落至离柱上端1厘米处，再用脱脂棉塞住柱端，以保持水柱。当水流尽后，加10%盐酸10毫升，再用水洗一次，即可使用（流速对吸附过程无影响，可不予考虑）。

担体的再生和回收：往使用过的聚四氟乙烯担体中加入浓硝酸，并置电炉上加热煮沸10分钟，取下，放至室温，用蒸馏水洗至中性，用1:1氨水浸泡，再以蒸馏水洗至中性，经这样处理过的担体可直接制成色层柱使用。

用过多次的担体，用上法处理后，再用无水乙醇和四氯化碳浸泡多次，以溶掉 $N_{263}$ ，自然干燥后，可再制备载有 $N_{263}$ 的担体。

### 3. 其它试剂：

银标准溶液：每毫升含2微克银的10%盐酸溶液。

乙酸—乙酸铵缓冲溶液pH5：称取250克乙酸铵于800毫升水中，待溶解后，移入1升容量瓶中，加冰醋酸25毫升，稀至刻度，摇匀。

聚环氧乙烷：0.2%水溶液。

## 二、萃取色层的条件试验：

### 1. 实验方法：

将含5微克银的100毫升溶液倒入予先制备好的色层柱上，用10%盐酸和1:1盐酸2毫升各洗涤一次色层柱，再用1:1盐酸18毫升淋洗银，淋洗液用25毫升比色管承接，再用水洗一次色层柱，用水稀至

25毫升体积，摇匀，进行原子吸收测定。

2.  $N_{262}$ —四氯化碳—聚四氟乙烯担体色层柱吸附及淋洗银的条件：经试验而得最佳条件为盐酸浓度在10%以下，氯化钠浓度小于5%，pH 5缓冲溶液用量为30毫升以下，以及20%氯化钠为15毫升时，能将5微克银定量吸附。

从淋洗银的曲线来看，洗脱液1:1盐酸20毫升即可定量洗脱银离子。

### 3. 共存物质对萃取色层分离银的影响：

按实验手续进行分离及测定银。证实了磷酸、亚硫酸铵、抗坏血酸、溴化钾、EDTA和聚环氧乙烷对测定没有影响。少量硝酸和氢氟酸没有影响，高氯酸有严重干扰。

铁、铬、锌、镉、钙的干扰及消除：在5%盐酸介质中，大量铁、铬、镉、锌和钙严重影响银的萃取色层分离。因为 $N_{263}$ 对这些元素也有较强的吸附能力。为此选用在pH 5缓冲溶液中，有大量EDTA存在下，既消除了铁的干扰，又消除了锌、镉、钙的影响。本法EDTA用量虽大，但可回收再用。

由实验表明， $N_{263}$ 能强烈地吸附Cr(VI)，因此，大量铬(VI)干扰银的萃取色层。采用亚硫酸铵还原铬(VI)至铬(III)，且能与金(I)络合。其它离子的允许量如下：铜(II)、铅(II)、钴(II)、镍(II)，铋(II)、锡(II)、砷(III)和锑(III)各20毫克，铬(VI)、硒(IV)和碲(IV)各1毫克、铂(VI)和钨(VI)各0.5毫克，氧化钙和氧化镁各350毫克，氧化铝200毫克，二氧化钛和氧化锰各100毫克，三氧化钨20毫克，三氧化钼2毫克和五氧化二钒2毫克不干扰测定。

## 分析方法

称取5克试样于200毫升烧杯中，用水润湿，加

### 分 析 结 果 对 照

管 理、标 准 样 品 号	本 法 结 果 g/T					平 均 值 g/T	标 准 值 g/T	相 对 标 准 偏 差 %
11GRD-32	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26	0.26	0.28	9.8
	0.22	0.23	0.29	0.30	0.23			
11GRD36	0.64	0.64	0.65	0.60	0.71	0.65	0.63	6.7
	0.56	0.63	0.68	0.68	0.68			
GSD—1	0.02	0.02				0.02	0.047	
—2	0.03	0.06				0.045	0.07	
—3	0.54	0.60				0.57	0.59	

硝酸10毫升, 盐酸30毫升, 盖上表皿, 加热煮沸半小时, 加20%氯化钠溶液5毫升, 蒸发至干, 分次加10毫升、5毫升盐酸, 蒸发至干, 再加盐酸4毫升, 蒸发至湿盐, 取下, 再加盐酸3毫升, 用玻棒搅碎盐类, 加20%氯化钠溶液10毫升, 于电热板上煮沸片刻, 使盐类溶解。取下, 加入乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH5)20毫升, 10%EDTA溶液80毫升、25%亚硫酸铵1毫升, 0.2%聚环氧乙烷溶液1毫升, 充分搅拌, 静置约1小时, 分次倒入一预先铺有中速滤纸、一层滤纸浆和薄层脱脂棉、经抽气后并用2%氯化钠和0.5%EDTA溶液洗涤过的G<sub>1</sub>型玻璃砂漏斗中, 过滤于色层柱里进行分离、富集。烧杯和漏斗分别用2%氯化钠和0.5%的EDTA溶液洗涤三次, 移去玻璃砂漏斗, 再洗色层柱一次, 然后用

10%盐酸洗一次色层柱。最后以1:1盐酸20毫升淋洗银, 淋洗液用100毫升烧杯承接, 待盐酸流尽后, 再用水洗色层柱一次, 将烧杯移至电热板上, 蒸发至4毫升左右, 取下, 放至室温, 移入10毫升比色管中, 用水稀至刻度, 摇匀, 进行原子吸收测定。

#### 银标准曲线的绘制

在100毫升烧杯中, 分别加入0、0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0微克银标准溶液, 加入1:1盐酸6毫升, 20%氯化钠溶液15毫升, pH5缓冲溶液20毫升, 10%EDTA溶液15毫升和水35毫升, 再加25%亚硫酸铵1毫升, 0.2%聚环氧乙烷溶液1毫升, 搅均, 分次倒入色层柱中, 以下同试样分析手续。

本方法取5克试样可测定岩石中0.0x ppm以上的银。

## AAS Determination of Trace Silver in Ores by Extraction Chromatography

Yu Xian-en

The behaviour of enriching silver by extraction chromatography with N<sub>263</sub> liquid resin was studied. The optimum conditions of the adsorption and elution of silver were examined. The elimination and interference of foreign ions were tested. This method could detect more than 0.0x ppm of silver in ores (sample taken :5g).