

岩石土壤中痕量金泡塑富集光谱测定

河南地矿局地调二队实验室 熊昭春 雷秀珍

关于泡塑对金的捕集特性研究, 1976年国内已用于金的测定, 而泡塑富集光谱测定微量金的方法, 作者已有报导^[1]。分析实践表明: 从0.01—65.0克/吨的范围内方法是可靠的。几年来, 由于方法的不断完善, 1克/吨金样的测定相对标准偏差由最初的18.5%下降至11.8%。

化探的发展, 使ppb级痕量金分析成为紧迫需要。文献^[2, 3]为解决上述课题取得了关键性的突破。资料[4]号称具有了纳克检出限, 但方法繁琐。作者设计了一个简便的泡塑富集光谱法测定痕量金的方法。

实验与条件

一、泡塑富集:

吸取定量金标准液, 以10%王水溶液稀释至100毫升, 加溴水五滴, 以下述方式之一吸附:

1. 取8×8×100毫米泡塑条, 置漏斗柱(或用容量瓶颈切成吸附柱)内使成水柱,

倾入上述标准液吸附。底液中残留金按资料^[1]处理。取出含金泡塑条, 20毫米一段, 剪五段, 用棉纱过滤, 在自来水下搓洗1分钟, 以蒸馏水喷洗5次, 分别置于10毫升坩埚中炭化, 300℃下冒烟30分钟, 然后升至650℃灼烧60分钟, 取出, 加入3毫克缓冲剂, 装入 $\phi 2 \times 1.5$ 切颈石墨电极中, 待摄。

2. 取0.2克泡塑(切成2—3小块)置100毫升10%王水溶液中, 以玻棒挤压搅拌60次, 1小时后取出, 用棉纱过滤, 自来水搓洗1分钟, 以下手续同上。

二、光谱测定:

1. WPG—100型平面光栅摄谱仪, 三透镜照明系统, 狭缝宽12微米, 中间光栏2毫米。

2. 激发源为交流电弧, 12安, 时光30秒。

3. 缓冲剂为碳粉, 内标为铂, 含0.0075%。

4. 蔡司-Ⅱ型测微光度计, 狭缝 0.2×16 毫米, 以 $\Delta\omega - \log c$ 作图。

5. 分析线对: Au2675.95/Pt2659.45 Å
2—200 μ g
Au2748.26/Pt2659.45 Å
100—10000 μ g

三、标准曲线:

吸取两组系列标准液。一组以10%王水溶液稀至100毫升, 加溴水五滴, 以泡塑吸附, 水洗, 灰化, 装样, 摄谱, 测光, 作图。一组直接加入3毫克缓冲剂, 烘干, 装样等手续同上。

结果与讨论

一、痕量金泡塑吸附效果:

关于泡塑吸附金的最佳条件, 已在资料^[1]中讨论。至于痕量金的吸附, 实验表明: 98.1%的金富集于吸附柱泡塑顶端0—6厘米处, 吸附曲线如图1。亦观察了10—20纳克金的吸附行为, 90.8—95.3%的吸附率对ppb级水平来说, 是很满意的。表1列出的平均吸附率97.2%, 与资料^[1,5]接近。图2比较了泡塑吸附法与直接加入法两组标准曲线, 在此测定范围内, 两者十分接近, 具有定量特征。

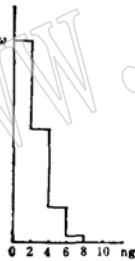


图1 泡塑对金动态吸附曲线

痕量金吸附率 表1

序号	加入金 η_g	残留金 η_g	吸附率 %	平均吸附率* %
1	10	0.92	90.8	97.2
2	20	0.94	95.3	
3	2000	0.8	99.96	

* 按多次测定值取平均数。

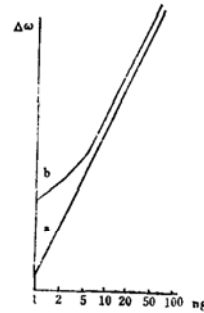


图2 标准曲线比较a. 直接加入法 b. 泡塑吸附法

二、泡塑灰分的控制:

试剂解脱泡塑吸附金已有报导, 但残渣量较大, 灵敏度不高, 对测定ppb级痕量金有困难。为此作了以下改进: 1) 泡塑改用0.2克, 2) 控制王水浓度10%, 使铁的吸附量下降。3) 含金泡塑用自来水搓洗后, 再用蒸馏水喷洗数次。结果泡塑灰分下降近一倍。从表2看出: 试样灰分高出标准灰分80—90%, 无疑这与微量的溶样残渣有关。如选用疏松的通透能力强的泡塑代替较致密的泡塑, 试验表明吸附能力不变, 而标准与试样灰分均降至0.2—0.3毫克, 提高了电极试料中金的浓度, 使检出限由5纳克降至2纳克。

泡塑灰分量之波动

表2

样号	原法灰分 mg	次数	变动系数 %	改进后灰分 mg	次数	变动系数 %	本法灰分 mg	次数	变动系数 %
试样	1.65	6	23.2	0.90	6	23.2	0.23	11	26.2
标准	0.89	8	14.2	0.49	21	42.7	0.25	11	33.2

三、曝光条件的选择:

1. 缓冲剂与内标: 电极试料降至3—4毫克, 宜用 $\phi 2 \times 1.5$ 切颈石墨电极。在此条件下, 金、铂蒸发行为出现差异, 不甚理想。故缓冲剂中不宜加入碳酸锂。另外, 由于铂量0.015%太高, 如改用0.0075%, 铂线黑度就比较适中。

2. 曝光参数的选择: 试验表明电流强度对谱线黑度影响不大, 而电流过大反使背景增大, 故选定电流12安, 经试验看出20秒

曝光已足够。

四、方法精密度与分析结果:

1.3ppb金样(水系沉积物)测定15次, 其RSD=25.4%。27.2ppb金样(甘肃某铜镍尾矿)测定15次, 其RSD=24.4%。表3列出了分析结果的比较。可以看出: 无论是黄河沙, 甘肃铜镍尾矿, 还是予西铅锌矿、方城土壤, 与外室结果计算, RE%均低于40%, 达到化探要求, 三千份测定的合格率达90%以上。

分析结果的比较

表 3

样 种	外室结果 PPb	本 法		本 法		本 法	
		PPb	RE%	PPb	RE%	PPb	RE%
方 城 土 壤	1.2	0.8	-40.0	1.8	+40.0	1.0	-18.2
黄 河 沙	1.3	1.1	-16.7	1.6	+20.7	1.5	+14.3
甘 肃 铜 镍	27.2	31.2	+13.7	24.5	-10.5	29.3	+4.3
予 西 铅 锌	40.0	38.0	-5.4				
方 城 土 壤	120	132	+9.5	86	-33.0	107	-11.3
甘 肃 岩 石	130	130	0	160	+20.7		

操作手续

称样10克(如有有机物太多, 须予先灼烧, 一般可先用硝酸破坏之), 以水湿润, 加新鲜王水40毫升, 盖皿, 稍停, 置电热板上温热分解约40分, 去皿, 待溶液蒸至10毫升左右, 以水稀至100毫升, 加溴水五滴。以下按“实验”手续。

除溶矿外, 标准与试样操作手续相同。

图3为痕量金的标准曲线。

讨论

一、对泡塑吸附金的机理解释, 说法不一, 但还不能解答泡塑吸附中的所有现象。

二、溶矿后蒸发控制液体体积时, 切忌蒸干, 否则金络阴离子将离解, 使结果严重偏低。

三、室温对泡塑吸附有一定的影响。当低于15℃时, 应以热水控制体积, 再以泡塑吸附。

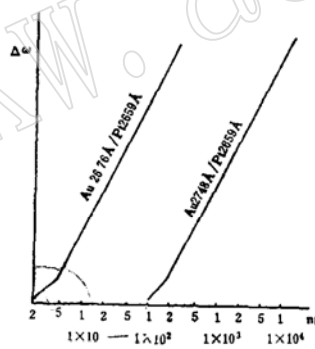


图 3 金的标准曲线

四、泡塑灰分应小于0.5毫克, 因此搓洗泡塑必须认真、充份, 而水洗中金的损失已证明可以忽视^[4]。

五、取出坩埚后, 应注意灰分颜色, 如呈淡紫色, 加大缓冲剂量, 测得值应乘此加大系数。如为深紫色, 则按常规以氢醌滴定之。

参考文献

- [1] 熊昭春等: 河南地质实验 7(1979)
[2] 陈绍仁: 物探与化探 No.2, 19(1980)
[3] 蒋建华等: 岩矿测试 vol. 1., No. 2., 52 (1982)
[4] 徐沛清: 分析化学 vol. 10., No. 10, 611(1982)
[5] 高东曙等: 山东地质情报 No. 6, 44 (1981)

Spectroscopic Determination of Trace Gold in Rocks and Soils with Polyurethane Foam

Xiong Zhao-chun

98.1% of Au in 10% aqua regia medium is adsorbed by polyfoam in kinetic state. After ignition of the foam, the ash is subjected to spectrographic determination. Beer's law is obeyed for 5-1000 μ g of gold. The C. V. of samples containing 1.3-27.2ppb of Au are 24.4-25.4% (n=11). The detection limit of gold is 2 μ g.

www.yskw.ac.cn