

石墨炉原子吸收法测定矿石中痕量金

辽宁地质矿产局实验室 胡吉顺 刘玉祥

本试验确立的聚三氟氯乙烯—磷酸三丁酯 (1:0.6) 为固定相, 反相萃取色层分离富集、石墨炉原子吸收法测定矿石中痕量金的分析方案, 在选定的条件下, 基本上无背景吸收和共存元素的影响。实测绝对灵敏度为 8.9×10^{-12} 克/1% 吸收; 检出限为 1.1×10^{-4} 克/吨、定量测定下限为 2.2×10^{-4} 克/吨;

含金量为 0.38 克/吨的试样, 15 次测定的相对标准偏差为 6.6%。

实 验 部 分

一、仪器和工作条件

P-E 5000 型原子吸收分光光度计,
HGA-500 型石墨炉及其程序控制器,

AS-40 型自动进样器及其程序控制器,
PRS-10型打印机。

金标准溶液: 储备液1毫升含1毫克金;
工作液1毫升含0.1微克金。

聚三氟氯乙烯(KeL-F): 200目。

磷酸三丁酯(TBP): 化学纯

KeL-F~TBP 固定相: 将 KeL-F 与
TBP按1:0.6 充分混匀, 密封保存。用前浸

泡在5%盐酸中。

亚硫酸铵洗脱液: 0.2%水溶液。

聚氧化乙烯溶液: 0.1%(10%盐酸溶
液)。

抽吸过滤、分离富集装置

本试验采用试样的抽吸过滤和分离富集
同时进行的办法。其装置如图1。

在色层柱颈底部垫上少许脱脂棉, 将

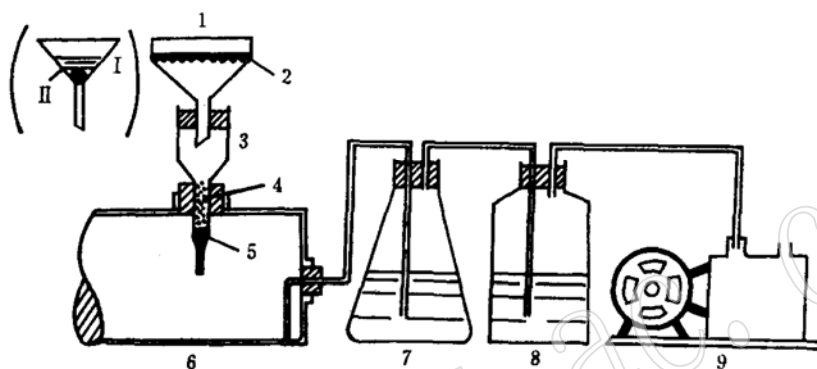


图1 抽吸过滤、分离富集装置示意图

1. 布氏漏斗(或I、普通玻璃漏斗), 2. 滤纸(II、脱脂棉、纸浆), 3. 色层柱*,
4. KeL-F~TBP, 5. 脱脂棉, 6. 抽吸装置, 7. 废液瓶, 8. 缓冲瓶(内装NaOH水
溶液并加有酚酞指示剂), 9. 抽气泵。

* 色层柱的装制^[1]

5%盐酸浸泡过的 KeL-F~TBP 固定相约
0.5克, 装入柱颈中, 用细玻璃棒搅起并使之
自然沉降即可。用前, 先用 1:1 逆王水处理
柱体, 以氧化其中的还原性物质, 再用20%
王水平衡柱体, 备用。

二、仪器工作条件 (见表1、2、3)

P—E 5000型原子吸收分光光度计 表1

吸收线波长 (nm)	242.8
狭缝	低 (L)
光谱带宽 (nm)	0.2
灯电流 (mA)	7
测量方式	浓度 AA—BG
测量信号	峰 高
校正标准	S ₁ —0.0050; S ₂ —0.0150.
积分时间 (Sec)	2

HGA—500型石墨炉程序控制器 表2

步骤	温度 (℃)	斜坡升温 时 间 (秒)	保持 时间 (秒)	基线 (秒)	读出	内气流 (毫升/分)
1	120	10	20			
2	600	10	20	20		
3	2000	0 (光控)	2		启动	0
4	2500	1	5			

AS—40型自动进样程序控制器 表3

方 法	样品体积 (微升)	交替体积 (微升)	标 准 数
1	20	0	2

实验结果与讨论

一、石墨炉原子吸收法测定条件的选择

1. 干燥条件的选择

本试验选用20微升进样量, 试液介质为

0.2% $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_3$ 水溶液, 温度为 120℃、斜坡升温时间 10 秒、保持时间 20 秒的干燥条件。

2. 灰化条件的选择

在选定的干燥条件下, 以原子化温度为 2500℃、斜坡升温时间 1 秒、保持时间 5 秒, 作灰化温度曲线。

试验结果表明, 灰化温度在 600℃ 以下, 金的吸光度为恒值, 本法选择温度为 600℃、斜坡升温时间 10 秒、保持时间为 20 秒的灰化条件。

3. 原子化条件的选择

在选定的干燥和灰化条件下, 作 1 秒斜坡升温 and 最大功率升温的原子化曲线。

试验结果表明, 利用最大功率升温原子化, 在 1700—2900℃ 之间, 吸光度基本趋于恒值, 而且灵敏度比相同条件下斜坡升温原子化高得多。本法选用温度为 2000℃、最大功率(光控)升温、保持时间 2 秒的原子化条件。

4. 内气流的影响试验

在原子化阶段, 试验了 0—100 毫升/分的内气流, 对金原子化的影响。试验结果表明, 停气比不停气的灵敏度要高得多。本法选用停气, 即内气流为 0 毫升/分。

5. 除残条件的选择

先测一含金量较高的试样, 接着测定纯水的吸光度, 再与单独测定纯水的吸光度相比较, 观察在不同温度下的除残效果, 见表 4。

不同温度下的除残效果 表 4

温度* (℃)	第一次测金吸光度	第二次测水吸光度
2000	1.760	0.132
2300	1.756	0.095
2500	1.744	0.025**

* 斜坡升温时间 1 秒、保持时间 5 秒。

** 相同条件下, 单独测定纯水的吸光度为 0.025。

本法选用温度为 2500℃、斜坡升温时间 1 秒、保持时间 5 秒的除残条件。

二、分离富集条件的选择

1. 试液酸度的选择

试验表明, 金在 1—50% 的王水酸度下, 均可定量被富集^[1]。本法选用 20% 王水酸度。

2. 试液体积的选择

试验表明, 试液体积为 10—200 毫升, 金均可被定量富集^[1]。为进一步试验更低含量的金, 在不同试液体积中被富集的情况, 作了试液体积分别为 20 和 100 毫升、均含 0、0.02、0.10、0.15 和 0.20 微克金的两条标准曲线, 并加以比较。从图形看两条标准曲线, 基本上是重合的。本法选用的试液体积为 100 毫升。

3. 淋洗曲线

分别取 0.01 和 0.10 微克标准金的试液, 经色层柱富集后, 用近沸的 0.2% 亚硫酸铵水溶液洗脱, 每次 1 毫升, 共洗脱五次, 分别测其吸光度。

试验结果表明, 对痕量金用 0.2% $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_3$ 水溶液 3 毫升, 即可全部洗脱下来。

4. 亚硫酸铵背景吸收的试验

在选定的条件下, 对 0.2% $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_3$ 水溶液及一组标准系列, 进行背景吸收测量, 试验结果说明了 0.2% $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_3$ 在本试验条件下, 基本上无背景吸收。

5. 共存元素的影响试验

试验表明, Ir、Os、Pd、Pt、Rh、Ru (各 50 微克)、 Tl^{3+} (500 微克) 均不干扰金的测定^[1]。

三、标准回收

采用标准加入法 (含 0—0.2 微克金溶液), 测得其回收率为 94—100%。

四、试样测定

1. 标准液的制备

分取金工作液0.5和1.5毫升各两份,于预先盛有50毫升1:1王水的烧杯中,于电热板上加热至微沸并保持20分钟,取下冷至室温后,用水稀至100毫升,按装置1进行分离富集,然后,依次用10%硝酸、10%盐酸和0.1%盐酸各洗柱体二次,继续抽吸至柱体内无残留液,停止抽吸,取下色层柱,用滤纸擦净柱颈,并吸净柱内的残留液,放回原处,向柱内准确加入3毫升近沸的0.2%亚硫酸铵溶液,抽吸洗脱金,洗脱液用干燥的5毫升小烧杯承接,摇匀后,按测定条件测定。

2. 试样测定手续

称取试样10克于30毫升瓷坩埚中、在高温炉中于700℃灼烧1—2小时,取出冷至室温,移入150毫升烧杯中,加入1:1王水50毫升,用玻璃棒搅匀,加盖表皿,于电热板上加热至微沸并保持1小时,取下稍冷,在搅拌下加入0.1%聚氧化乙烯溶液2—3毫升,用水稀至100毫升,充分搅拌均匀,静置澄

清。在装置1上进行抽滤富集,用20%王水洗净烧杯和矿渣,移去漏斗,以下同标准液的制备。其测得结果即为克/吨数。

按上述的操作手续及选定的测定条件,测得的试样结果,见表5。

金的分析结果 表5

试样编号	本法结果 (克/吨)	原结果 (克/吨)
湖南金样*	0.36	0.38*
1	0.720	**0.76, ***0.75
2	0.404	0.49, 0.48
3	0.013	0.019, 0.019
4	0.018	0.011, 0.013

* 此为室管理样的定值0.38g/T。

** 此行为比色法结果。

*** 此行为中子活化法结果。

参 考 文 献

1. 胡吉顺、刘玉祥, 辽宁地质实验, 2 (金分析专辑) 17—27页(1981),
2. 同上, 42—49页。

Atomic Absorption Determination of Trace Amounts of Gold in Rocks by Using a Flameless Atomizer

Hu Ji-shun Lin Yu-xiang

A method of determining trace amounts of gold in rocks by using flameless atomizer is described. The recoveries of gold from the organic phase by back-extraction and effect of background, interfering substance under the optimum condition were examined. The detection limit is 8.9×10^{-12} g of Au. The relative standard deviation for sample containing 0.38g/T is 6.6% (15 determinations).