

湿法分离-火焰原子吸收光谱法测定杂铜中的金

肖红新

(广东省工业技术研究院, 广州, 510651)

摘 要: 为解决湿法溶解处理测定杂铜中金的基体干扰, 采用硝酸湿法分离基体铜, 再用王水溶解金。在 5% 的盐酸介质中, 在设定的仪器工作条件下, 用火焰原子吸收光谱法测定杂铜中的金。方法相对标准偏差为 0.5%, 该法简单快速、准确可靠。

关键词: 分析化学; 杂铜; 金; 火焰原子吸收光谱

中图分类号: O657.3 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-0676(2013)01-0067-03

Determination of Gold in Composition Brass by Wet Separation-Flame Atomic Absorption Spectrometry

XIAO Hongxin

(Guangdong General Research Institute for Industrial Technology, Guangzhou 510651, China)

Abstract: To eliminate the matrix copper interference in determination of gold, nitric acid was used to dissolve copper from composition brass, and gold was dissolved by aqua regia. Gold content was determined by flame atomic absorption spectrometry (FAAS) in media of 5% hydrochloric acid. The method is simple, fast and accurate with relative standard deviation (RSD) 0.5%.

Key words: analytical chemistry; composition brass; gold; flame atomic absorption spectrometry (FAAS)

杂铜为含铜物料经火法熔炼而成。杂铜除铜为主要成分外, 还包括大量铁、铅、镍、锡和微量金、钯、银等金属。由于金是杂铜贸易的计价元素, 其分析结果是评价冶金工艺回收率的依据之一, 故准确、快速地测定金含量具有重要意义。微量和低含量金分析常用的湿法和火法分离富集方法有活性炭吸附法、泡沫塑料吸附法、巯基棉吸附法、树脂吸附法、离子交换法、碲共沉淀富集法、液膜分离法和铅试金法、镍试金法、铈试金法^[1]等。湿法分离富集方法对金的吸附率高、吸附容量大, 吸附材料可再生利用, 但流程较长。火法分离富集方法中的铅试金法, 选择性好、适用范围广、与后续分析技术相结合测得金结果准确, 已有国家、行业标准分析方法^[2-6]、专著^[7-8]和系统述评综述^[9-10], 但铅试金法流程长、费用高、劳动强度大和铅污染环境严重。金的常用分析方法有重量法、容量法、分光光

度法、电化学法、原子吸收光谱法、原子发射光谱法^[11-12]等。含铜物料中金的活性炭、巯基棉湿法分离富集法已有文献介绍^[13-14]。

本文采用稀硝酸溶解样品, 滤纸过滤分离基体铜(II)及大部分共存金属离子, 用王水溶解沉淀和火焰原子吸收光谱法测定金, 对分离条件进行了系统的实验。方法操作简便, 分析结果准确。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

原子吸收光谱仪(北京第二光学仪器厂, WFX-130B); 金空心阴极灯(北京第二光学仪器厂); 电子天平(0.0001 g); 磨样机; 硝酸、盐酸(分析纯); 纯金(99.95%); 硝酸溶液(1+1)。

金标准储备溶液(0.1 mg/mL): 称取 0.1000g 纯金($w_{Au} > 99.99\%$)于 100 mL 烧杯中, 加 15 mL 王

水、两滴氯化钠（5%）溶液，低温加热至溶解完全。取下，冷至室温，转入 1000 mL 容量瓶中，加 50 mL 盐酸，用去离子水定容，混匀。

1.2 实验方法

1.2.1 样品预处理、分离溶解

屑状样品用磨样机磨细，准确称取约 5 g 样品于 150 mL 烧杯中，缓慢加入硝酸溶液 60 mL（因为样品多，反应比较剧烈，加酸速度不能太快。应每次添加几毫升待反应平静后再加，以防反应过快，样品溢出烧杯，同时硝酸要过量，保证样品能充分溶解）。待剧烈反应过后，置于低温电热板上加热煮沸，微沸溶解约 10 min（溶液不能烧干，烧干容易部分金属离子水解，产生沉淀，起不到分离效果，应至少保留 10 mL 以上溶液），取下冷却。

以定量慢速滤纸过滤，用去离子水洗涤烧杯与沉淀各 2 次，洗完之后，滤液舍弃，滤纸连同沉淀一起转入原溶样烧杯中（过滤的时候，沉淀不能损失，洗干净后要转移到原来的溶样烧杯中），加入 40 mL 王水，继续放在低温电热板上加热（溶解时温度不宜过高，维持微沸状态，以防溶液蹦跳、飞溅），微沸溶解至溶液体积约 10 mL 时，取下冷却，定容 100 mL 容量瓶，玻砂漏斗干过滤。直接测定滤液或分取一定体积溶液稀释，使金的浓度小于 10 μg/mL，然后按照仪器设定条件测其吸光度。

1.2.2 仪器条件、标准工作曲线绘制和样品的测定

仪器测定金的条件设置：检测波长 242.8 nm，燃烧高度 6 mm，狭缝宽度 0.4 nm，灯电流 3 mA，乙炔流量 1.0 L/min，空气流量 7.0 L/min，火焰类型为氧化性蓝色火焰。

标准工作曲线绘制：取金标准储备溶液 0、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL 于一组 100 mL 容量瓶中，各加入 5 mL 盐酸，用水定容，混匀，在仪器设定条件下测量其吸光度，由计算机绘制工作曲线。

样品的测定：样品溶液于相同仪器条件下测量吸光度，在工作曲线上查得金浓度，计算样品中金含量。

2 结果与讨论

2.1 制样与称样量的影响

杂铜由于自身的特点，原料的来源复杂、种类

众多，所以杂铜的成分也比较复杂。杂铜取样一般采取钻屑方式，且为多批次的钻屑混合，即使同一炉的样品，金属含量也不尽均匀，存在偏析现象。

由于化学检测只能称取少量样品，可以通过磨样机将样品磨碎、磨细，再进行缩分，制成相对均匀的检测样品，使检测结果更具有代表性。即使通过磨样和缩分，相对于其他的一般的熔炼合金，其均匀性仍然不够。此时可以通过扩大称样量，消除样品不均匀的影响。对同一样品($w_{Au}=33.5\text{ g/t}$)分别称取 1、2、5、8、10 g，平行实验 8 次，测定结果见表 1。

表 1 称样量对测定结果影响

Table 1 The influence of sample weight on the analysis results

称样量/g	1	2	5	8	10
RSD/% (n=8)	4.62	3.25	1.53	1.46	1.41

由表 1 可见，随着称样量增大，测定结果的相对标准偏差降低，测定结果越稳定，但称样量越大消耗酸越多，而且过滤时间也长，称取约 5 g 样品能满足实验要求。

2.2 酸的选择

杂铜为含铜物料通过火法熔炼而来，原料的来源复杂、种类众多，所以杂铜的成分也比较复杂，除主体铜以外还包含大量的其他金属元素和硅酸盐等。通过单一盐酸、硝酸、硫酸或者混合酸溶解试验表明：铜不如氢活泼，不溶于盐酸和稀硫酸，溶于氧化性的硝酸和浓硫酸；浓硝酸和浓硫酸对铁和铝产生钝化，不利于溶解；盐酸、硝酸混合酸会溶解金，起不了分离的效果；盐酸、硫酸混合酸只能溶解部分金属；硝酸、硫酸混合酸生成硫酸盐（钙、钡、铅）沉淀。单一的氧化性硝酸能起到满意的分离效果，除了部分贵金属金等元素外，绝大部分金属都能溶解，能起到溶解分离的效果。使用（1+1）硝酸可以降低反应速度，以免反应过于剧烈，生成气体将样品喷撒出来，导致测定结果偏低。

2.3 分离效果分析

以（1+1）硝酸分离后的沉淀，以王水溶解，对其进行 ICP 定性分析，结果列于表 2。由表 2 数据可以看出，基体铜大部分都分离，其它金属也大部分溶解，主要还残留部分锡、铁、铜等金属元素。

表 2 湿法分离沉淀定性测试结果

Table 2 Qualitative analysis of precipitation by wet separation

元素	Sn	Fe	Cu	As	Sb	Ni	Pb	Bi
含量/(g/L)	≈10	0.1~1	0.1~1	≈20	≈20	≈20	1~10	1~10

2.4 干扰及酸度

硝酸溶解分离后的样品，绝大部分金属分离去除，余下大部分是硅酸盐之类，对原子吸收测定没有干扰。为了消除残留部分金属离子的干扰，采用氘灯背景校准法消除背景干扰。在盐酸介质原子吸

收测定金，通过对不同酸度的同一浓度的金液原子吸收测定，结果列于表 3。由表 3 可以看出，在盐酸介质原子吸收测定金适应酸度范围宽，酸度在 1%~10%对吸光度没明显影响。

表 3 盐酸酸度对金测定的影响

Table 3 Effect of HCl concentration on analysis of gold

盐酸浓度/%	1	3	5	8	10	15	20
原子吸收值	0.1761	0.1755	0.1756	0.1755	0.1753	0.1727	0.1729

2.5 比对试验

通过对 1[#]、2[#]、3[#]共 3 个样品分别以湿法和火试金法分离，然后进行原子吸收光谱法测定比对试验，结果如表 4 所示。表 4 数据显示，本法检测结果和火试金法结果接近，相差在误差范围之内，可以认为 2 种方法对检测结果无影响。

表 4 样品溶液金含量比对试验

Table 4 Contrast test results of gold in different sample solutions

方法	1 [#] /(g/L)	2 [#] /(g/L)	3 [#] /(g/L)
湿法分离	25.3	76.8	150.7
铅试金	25.9	76.5	151.8

2.6 精密度试验

使用本方法，同一样品平行测定 10 次，测定结果见表 5。由表 5 数据可以看出，本方法测定结果稳定，相对标准偏差小于 1%。

表 5 精密度试验 (n=10)

Table 5 Precision test of the method (n=10)

项目	数值
测定含量/(g/t)	95.3, 95.8, 95.4, 96.2, 96.0,
	95.9, 95.4, 95.5, 94.8, 96.4
平均值/(g/t)	95.7
标准偏差 SD/%	0.48
相对标准偏差 RSD/%	0.50

3 结论

通过实验，以硝酸溶液溶解杂铜，定量滤纸过滤，烧杯及沉淀洗涤干净后，以王水同时溶解过滤沉淀物及烧杯中残渣，定容，玻砂漏斗干过滤后滤液可用原子吸收直接测定或稀释后测定金，该法简单快速，结果准确，流程短，无铅污染，可以代替火试金法用于杂铜中金的测定。

参考文献:

[1] 董守安. 现代贵金属分析[M]. 北京: 化学工业出版社, 2007.

[2] GB/T 7739.1-2007 金精矿化学分析方法 第1部分: 金量和银量的测定(火试金法)[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.

[3] GB/T 3884.2-2000 铜精矿化学分析方法-金和银量的测定(方法二:火试金法)[S]. 北京: 中国标准出版社, 2001.

[4] YS/T 461.10-2003 混合铅锌精矿化学分析方法-金量与银量的测定-火试金法[S]. 北京:中国标准出版社, 2004.

[5] YS/T 745.2-2010 铜、铅电解阳极泥化学分析方法—火试金重量法测定金量和银量[S]. 北京: 中国标准出版社, 2011.

[6] GB/T 20899.1-2007 金矿石化学分析方法 第1部分:金量的测定(火试金富集-火焰原子吸收光谱法)[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.

[7] 兰新哲, 杨丙雨. 中国金分析进展与实践[M]. 西安:陕西科学技术出版社, 2000.

[8] 赵怀志, 宁远涛. 金[M]. 长沙:中南大学出版社, 2003.

[9] 杨丙雨, 冯玉怀. 中国古代的火试金法[J]. 贵金属, 2009, 30(1):59-62.

[10] 杨丙雨, 马亚丽. 近代火试金分析在中国的传播[J]. 贵金属, 2010, 31(1):43-47.

[11] 郭跃安, 杨丙雨, 赵玉娥. 2009年中国金分析进展[J]. 黄金, 2010, 31(12):48-51.

[12] 冯玉怀, 杨丙雨, 林晓伟. 2010年中国金分析进展[J]. 黄金, 2011, 32(12):53-57.

[13] 陈小兰, 周志平. 活性炭和硫脲分离富集粗铜中金钯[J]. 冶金分析, 2009, 29(6):54-56.

[14] 陈永欣, 黎香荣, 杨俊,等. 新型巯基棉分离富集-ICP-AES法测定含铜物料中的金银[J]. 黄金, 2009, 30(2): 49-52.